F 1162

REFERATIVA

04

Vorl.

STUDII ŞI CERCETĂRI DE METALURGIE

TOMUL 16, Nr. 1, 1971

EDITURA ACADEMIEI REPUBLICII SOCIALISTE ROMÂNIA

COMITETUL DE REDACȚIE

Redactor șef: prof. I. HUBER-PANU, membru corespondent al Academiei R. S. România. *Redactor șef adjunct*: dr. ing. TR. SĂLĂGEAN. *Membri*: prof. L. BOLEANȚU — Timișoara; prof. A. DOMȘA — Cluj; ing. A. IEREMIA — — Reșița; prof. ST. MANTEA — București; ing. C. PANDELESCU București; prof. VL. POPOVICI — Timișoara; dr. ing. M. RAȚIU — Timișoara; prof. I. TRIPȘA — — București. *Secretar științific de redacție*: ing. V. SAFTA

În țară, abonamentele se primesc la oficiile poștale, agențiile poștale, factorii poștali și difuzorii de presă din întreprinderi și instituții.

Comenzile de abonamente din străinătate se primesc la „Întreprinderea de comerț exterior-Libri", Căsuța poștală 134—135 (Calea Victoriei 126), București, România.

La revue „Studii și cercetări de metalurgie" paraît 2 fois par an. Toute commande à l'étranger sera adressée a „Întreprinderea de comerț exterior-Libri". Boîte postale 134—135, Bucarest — Roumanie.

Manuscrisele, cărțile și revistele pentru schimb, precum și orice altă corespondență se trimit la Comitetul de redacție pe adresa: Cal. Victoriei 125 (Secția de științe tehnice), București.

STUDII ȘI CERCETĂRI DE METALURGIE
Apare de două ori pe an

STUDII ŞI CERCETĂRI DE METALURGIE

Tome 16 1971 Nr. 1

SUMAR

METALURGIE FIZICĂ

SANDA OPREA, Cu privire la procesele care au loc la încălzirea oţelurilor pentru tratamentele termice în atmosferă controlată 3

METALURGIE EXTRACTIVĂ

FL. OPREA, D. TALOI, P. MOLDOVAN, Mecanismul solubilizării în autoclavă a monosulfurilor de cupru 13

I. TRIPŞA, C. PUMNEA, C. FRENŢIU, Contribuţii la studiul activităţii termodinamice a oxigenului în băile topite de fier şi oţel, cu ajutorul pilelor electrochimice cu electrolit solid 27

ÎNCERCĂRI DE MATERIALE METALICE

M. RAŢIU, N. FÎNTÎNARU, S. TÎRNEA, Condiţiile de solicitare din corpul dinamometrelor inelare 43

PROBLEMELE METALURGICE ALE SUDĂRII

T. SĂLĂGEAN, M. HRELESCU, CLARA BOARNĂ, D. DEHELEANU, Comportarea metalurgică la sudare a oţelului PD 57

NOTE

GALINA MÎNDRU, ELENA POPESCU, A. ZUDA, CORINA BUCĂLOIU, Contribuţii la studiul influenţei prelucrării suprafeţei asupra coroziunii oţelului tip 1×18H10T în apă la temperatură ridicată 75

LUCRĂRI DE SINTEZĂ

D. CIOCLOV, Degradarea cumulativă a metalelor prin solicitări repetate. Stadiul actual al cercetărilor (partea a II-a) 87

DĂRI DE SEAMĂ

C. PANDELESCU, Al 9-lea Congres internaţional de prepararea minereurilor 111

RECENZII 119

CU PRIVIRE LA PROCESELE CARE AU LOC LA ÎNCĂLZIREA OȚELURILOR PENTRU TRATAMENTELE TERMICE ÎN ATMOSFERĂ CONTROLATĂ

SANDA OPREA
Institutul politehnic București

În cadrul lucrării se arată mecanismul principalelor procese fizico-chimice care condiționează fenomenul de decarburare la încălzirea oțelurilor în atmosferă controlată. Se arată că potențialul carbon al atmosferei de gaz protector pentru un anumit oțel și o temperatură dată, este condiționat de schimbarea raportului dintre componenții de carburare (CO, CH_4 etc.) și cei de decarburare (CO_2, H_2, H_2O) din atmosfera cuptorului.
Rezultatele experimentale sînt interpretate pe baza principiilor de matematică statistică, un rol important avînd metoda analizei regresive și corelative. S-a stabilit că la temperaturi medii (circa 850° C) fenomenul de decarburare este controlat de procesele de pe interfața atmosfera gazoasă-metal; în aceste condiții dependența dintre conținutul de carbon al oțelului în stratul superficial (y) și valorile punctului de rouă (x) se poate exprima sub forma ecuației

$$y = a + b(x - \overline{x}).$$

La temperaturi mai ridicate decarburarea a fost influențată în mai mare măsură de factorii de difuzie, variația conținutului de carbon al oțelurilor trecînd din domeniul cinetic în cel intermediar; în aceste condiții s-a dedus relația de forma

$$\log \log 100\, y = a + b(x - \overline{x})$$

care exprimă gradientul superficial al carbonului la încălzirea oțelurilor (OLC 50, OLC 55, Arc 7 și 41 CN 12) la temperaturi mai mari de 900° C.

1. INTRODUCERE

Utilizarea atmosferelor controlate la încălzirea materialelor metalice în vederea prelucrării la cald în stare solidă a cunoscut în ultimii ani o dezvoltare continuă; căile multiple de preparare a gazelor protectoare și folosirea acestora în operațiile de încălzire au permis îmbunătățirea substanțială a proceselor de tratament termic. În compoziția atmosferei controlate se găsesc gaze reducătoare (CO, H_2, CH_4), cantități neînsemnate de gaze cu caracter oxidant (CO_2, $H_2O_{vap.}$) și neutru — N_2.

Cunoașterea mecanismului și cineticii proceselor care pot avea loc într-o astfel de atmosferă va permite evitarea unor fenomene nedorite

St. cerc. metalurg., Tom. 16, Nr. 1, 1971, p. 3—12

care au la bază o serie de reacţii chimice heterogene pe seama cărora se pot produce: decarburarea, carburarea, sulfurarea etc. materialului metalic asupra încălzirii.

2. CONDIŢII EXPERIMENTALE

Pentru încercările experimentale s-au folosit următoarele mărci de oţeluri (OLC 50, OLC 55, Arc 7 şi 41 CN 12) de fabricaţie indigenă (tabela 1) pentru care fenomenele principale care au loc la încălzirea în vederea tratamentelor termice nu au fost supuse unui studiu ştiinţific şi sistematic pînă în prezent. Pentru pregătirea epruvetelor s-au tăiat probe

Tabela 1

Compoziţia chimică a oţelurilor supuse cercetărilor experimentale

Nr. crt.	Material oţel	Compoziţia chimică							
		C	Si	Mn	S	P	Ni	Cr	V
1	OLC 50	0,47—0,55	0,17	0,5	max. 0,04	max. 0,04	—	—	—
2	OLC 55	0,52—0,60	0,17—0,37	0,5 —0,8	max. 0,04	max. 0,04	—	—	—
3	Arc 7	0,82—0,90	0,17—0,37	0,50—0,80	max. 0,04	max. 0,04	—	max. 0,30	—
4	41 CN 12	0,37—0,45	0,17—0,37	0,4 —0,8	0,035	0,035	1,00—1,40	0,45—0,75	—

de 100 mm lungime din bare laminate, care apoi s-au strunjit pînă la diametre diferite (Ø = 14—35 mm), pentru înlăturarea stratului decarburat rămas după încălzire şi laminare. Probele au fost rectificate pentru obţinerea unei suprafeţe uniforme şi măsurate cu o precizie de 0,01 mm. Domeniile de temperatură la care au fost încălzite probele şi duratele de menţinere au fost alese în concordanţă cu condiţiile de încălzire necesare la tratamentul termic al oţelului.

Atmosfera în care s-au încălzit probele de oţel a fost asigurată prin arderea parţială a gazului metan într-o instalaţie tip Lindberg compusă din două agregate principale: generatorul de producere a gazului protector (fig. 1) şi cuptorul propriu-zis. Principalele caracteristici ale generatorului de gaz au fost: 500 CFH, 14,2 Nm^3/h, temperatură maximă 1093° C, puterea 30 kW, 320 V şi 50 Hz. Înainte de utilizare, gazul protector s-a purificat în vederea eliminării CO_2 a vaporilor de apă, a SO_2 etc. În vederea eliminării neajunsurilor care apar în timpul încălzirii (oxidare, decarburare, carburare, sulfurare etc.), generatorul a fost astfel reglat încît s-au asigurat condiţiile de echilibru între atmosfera cuptorului şi probele de oţel supuse încălzirii. În timpul experienţelor s-a controlat în mod permanent raportul aer-gaz (cu ajutorul debitmetrelor) şi punctul de rouă, care a arătat direct deranjamentele care au intervenit în funcţionarea normală a cuptorului, ca de exemplu acces insuficient de gaz

protector, infiltrații de umezeală sau aer etc. Pentru stabilirea condițiilor optime de încălzire a oțelurilor studiate s-au variat o serie de factori: temperatură, punct de rouă, durata de încălzire și de răcire. Variația conținutului de carbon în condițiile experimentale a fost stabilită cu ajutorul analizei chimice a straturilor succesive.

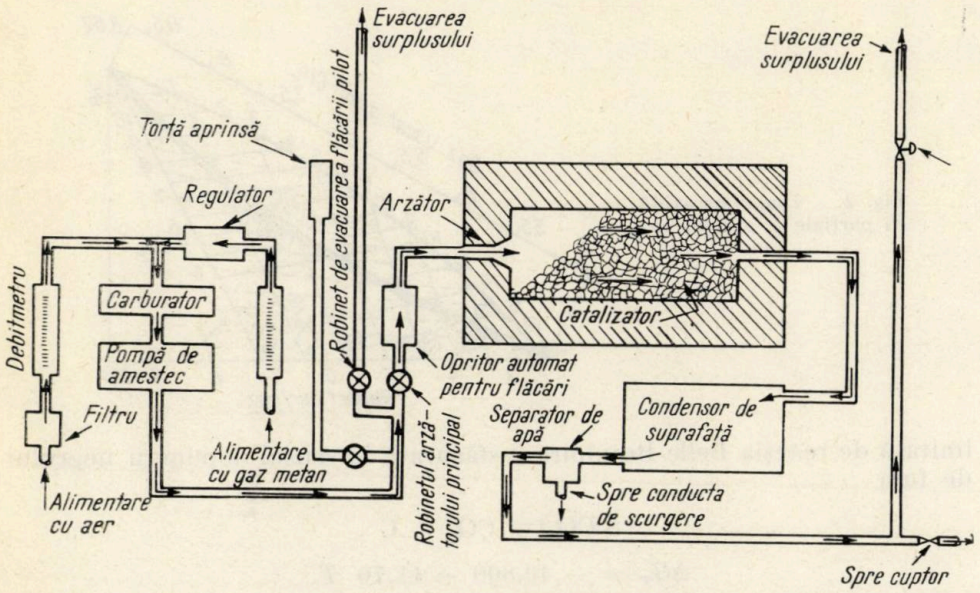


Fig. 1 — Generatorul de gaz endoterm.

3. INTERDEPENDENȚA DINTRE ACȚIUNEA COMPONENȚILOR ATMOSFEREI ȘI FENOMENELE CE AU LOC LA ÎNCĂLZIREA OȚELURILOR ÎN ATMOSFERĂ CONTROLATĂ

Principalele procese fizico-chimice care au loc prin interacțiunea componenților gazoși la suprafața metalică supusă încălzirii sînt în mare măsură condiționate de echilibrul la interfața atmosferă protectoare-oțel. Cercetările efectuate pe probele de oțel încălzite în atmosferă controlată, au permis să se stabilească factorii care modifică conținutul de carbon în stratul superficial al probelor în funcție de temperatură și umiditatea gazului; în același timp s-au putut furniza o serie de date pe baza cărora s-a precizat mecanismul principalelor procese la încălzirea în atmosferă controlată.

3.1. Rezultate experimentale

În condițiile arderii gazului metan pentru obținerea atmosferei protectoare, conform reacției

$$CH_4 + xO_2 + 3{,}81\,xN_2 \rightarrow yCO_2 + (1-y)\,CO + (3-2x+y)\,H_2 + \quad (1)$$
$$+ (2x-y-1)\,H_2O + 3{,}81\,xN_2 + (2x-1)\,69\ \text{kcal}$$

rezultă doi factori principali care condiţionează compoziţia produselor de ardere : raportul aer-gaz reprezentat prin variabila x şi temperatura reprezentată indirect prin variabila y. Compoziţia produselor gazoase obţinute prin oxidarea parţială a gazului metan, în funcţie de raportul aer-gaz şi de temperatură se arată în figura 2. Această diagramă este

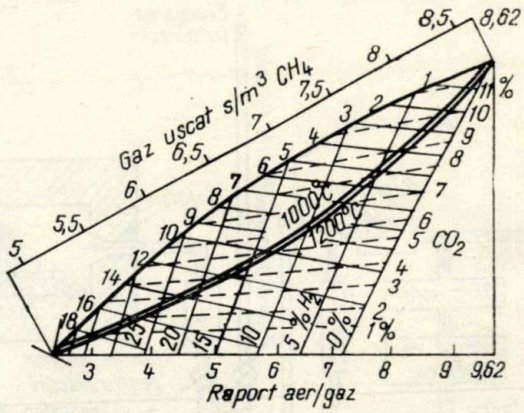


Fig. 2. — Diagrama oxidării parţiale a gazului metan.

imitată de reacţia Belle-Boudoire desfăşurată în sensul depunerii negrului de fum

$$2\,CO \rightleftharpoons CO_2 + C$$

$$\Delta G^{\circ}_T = -\,40.800 + 41{,}70\;T.$$

Cercetările experimentale au confirmat faptul că procesele (carburare sau decarburare) care pot avea loc la suprafaţa probelor de oţel în timpul încălzirii sînt determinate în mare măsură de valoarea constantei de echilibru a reacţiei Belle-Boudoire

$$K = \frac{(CO)^2}{CO_2 \cdot a_C}.$$

După valoarea raportului $\frac{(CO)^2}{CO_2}$ se apreciază pentru o anumită temperatură activitatea atmosferei protectoare şi se poate determina care este oţelul în echilibru cu atmosfera respectivă.

Rezultatele experimentale (tabela 2) privind încălzirea oţelurilor : OLC 50 ; OLC 55 ; Arc 7 şi 41 CN 12, la o durată de 60 minute arată că variaţia conţinutului de carbon în stratul superficial al probelor este neînsemnat într-un domeniu restrîns definit de umiditatea gazului protector, exprimată prin temperatura punctului de rouă (de la fig. 3 la fig. 6).

Pentru oţelurile OLC 50, OLC 55, Arc 7 şi 41 CN 12, conţinutul de carbon în stratul superficial în domeniul de temperaturi 850—950° C a putut rămîne aproximativ constant cînd punctul de rouă a variat în

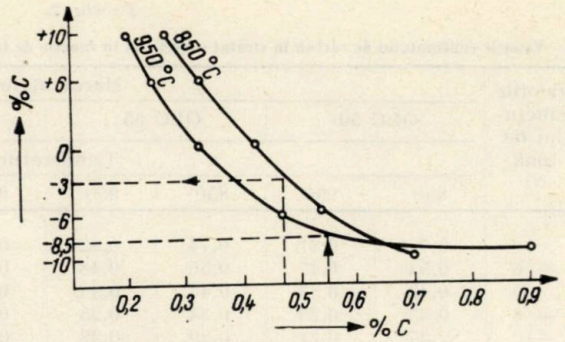


Fig. 3. — Variația conținutului de carbon în stratul superficial al oțelului OLC 50 cu temperatura și punctul de rouă.

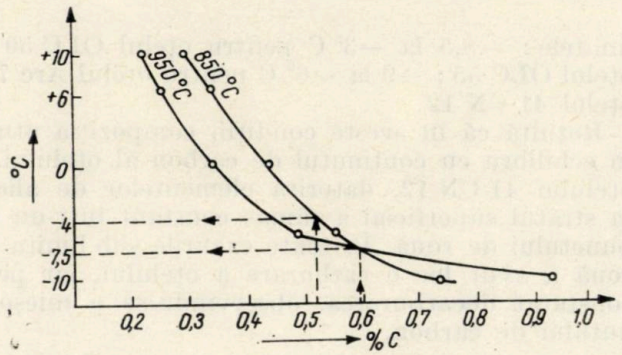


Fig. 4. — Variația conținutului de carbon în stratul superficial al oțelului OLC 55 cu temperatura și punctul de rouă.

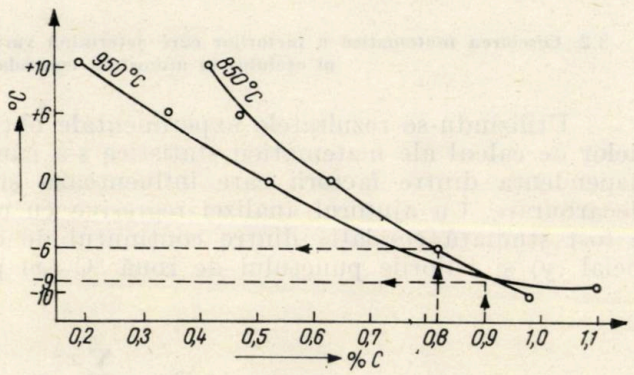


Fig. 5 — Variația conținutului de carbon în stratul superficial al oțelului Arc 7 cu temperatura și punctul de rouă.

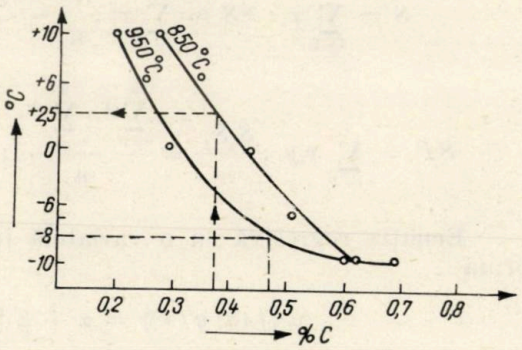


Fig. 6. — Variația conținutului de carbon în stratul superficial al oțelului 41 CN 12 cu temperatura și punctul de rouă.

Tabela 2

Valorile conținutului de carbon în stratul superficial în funcție de temperatură și de valorile punctului de rouă

Valorile punctului de rouă °C	Marca oțelului							
	OLC 50		OLC 55		Arc 7		41 CN 12	
	Temperatura							
	850	950	850	950	850	950	850	950
−10	0,7	0,91	0,74	0,92	0,98	1,12	0,60	0,68
− 6	0,54	0,47	0,55	0,48	0,83	0,78	0,51	0,40
0	0,42	0,33	0,44	0,34	0,63	0,53	0,44	0,29
+ 6	0,33	0,25	0,34	0,25	0,47	0,34	0,34	0,25
+10	0,27	0,21	0,29	0,22	0,41	0,18	0,27	0,19

limitele : −8,5 la −3° C pentru oțelul OLC 50 ; −7,5 la −4° C, pentru oțelul OLC 55 ; −9 la −6° C pentru oțelul Arc 7 și −8 la +2,5° C pentru oțelul 41 CN 12.

Rezultă că în aceste condiții, compoziția atmosferei controlată a fost în echilibru cu conținutul de carbon al oțelului. Se remarcă, că în cazul oțelului 41 CN 12, datorită elementelor de aliere conținutul de carbon în stratul superficial a rămas constant într-un domeniu larg al variației punctului de rouă. În toate cazurile sub limita inferioară a punctului de rouă a avut loc o carburare a oțelului, iar peste limita superioară s-a constatat decarburarea, observîndu-se o micșorare accentuată a conținutului de carbon.

3.2. Corelarea matematică a factorilor care determină variația conținutului de carbon al oțelului în atmosferă controlată

Utilizîndu-se rezultatele experimentale obținute, cu ajutorul metodelor de calcul ale matematicii statistice s-a căutat să se prezinte interdependența dintre factorii care influențează și determină procesul de decarburare. Cu ajutorul analizei regresive cu o variabilă independentă a fost studiată corelația dintre conținutul de carbon în stratul superficial (y) și valorile punctului de rouă °C (x) pentru oțelurile studiate

$$S = \sum_{i=1}^{n} x_i ; \; SS = \sum_{i=1}^{n} x_i^2 ; \frac{S^2}{n} = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i^2}{n} ; \; SSD = SS - \frac{S^2}{n},$$

$$SP = \sum_{i=1}^{n} x_i y_i ; \frac{S_i S_j}{n} = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \sum_{i=1}^{n} y_i}{n} ; \; SPD_{x_i y_i} = \frac{SP - S_i S_j}{n}.$$

Ecuația regresivă cu o variabilă independentă poate fi scrisă sub forma

$$\mu \{f(y)\, g(x)\} = \alpha + \beta [g(x) - g(\bar{x})]. \qquad (2)$$

Tabela 3

Temperatura 850° C

Marca oţelului	Valorile punctului de rouă	Conţinutul de carbon în stratul superficial, % (y)			
simbol	x	OLC 50	OLC 55	Arc 7	41 CN 12
n	5	5	5	5	5
S	0	2,26	2,36	3,32	2,16
SS	272	1,1398	1,2434	2,4352	1,0022
S^2/n	0	1,02152	1,11344	2,20448	0,93312
SSD	272	0,11828	0,12996	0,23072	0,06908
			$x\ y$		
SP		−5,56	−5,76	−7,85	−4,32
S_iS_j/n		0	0	0	0
SPD_{xy}		−5,56	−5,76	−7,86	−4,32
S/n	0	0,452	0,492	0,664	0,432
Ecuaţia statistică		$y = 0{,}452 - 0{,}0204\ x$	$y = 0{,}492 - 0{,}02118\ x$	$y = 0{,}664 - 0{,}028897\ x$	$y = 0{,}432 - 0{,}01587\ x$
Dispersiile		$S_2^2 = 11{,}342.10^{-2}$ $S_1^2 = 0{,}162.10^{-2}$	$S_2^2 = 12{,}199.10^{-2}$ $S_1^2 = 0{,}199.10^{-2}$	$S_2^2 = 22{,}713.10^{-2}$ $S_1^2 = 0{,}1176.10^{-2}$	$S_2^2 = 68{,}5584.10^{-3}$ $S_1^2 = 0{,}174.10^{-3}$
Criteriul Fischer		70,01	61,3	193,9	394
Probabilitatea P_F %		<99 %	<99 %	<99,8 %	<99,8 %
Criteriul „Student'' :		8,3	7,8	3,5	20
Probabilitatea, $P_{\|tb\|}$ %		99 %	99 %	95 %	99,9 %

Tabela 4

Temperatura 950°C

Marca oțelului / Simbol	x	$Y = 100\,y$			
		OLC 50	OLC 55	Arc 7	41 CN 12
n	5	5	5	5	5
S	0	0,95297	0,97642	1,09862	0,88427
SS	272	0,200163	0,20829167	0,26749618	0,1706315
S^2/n	0	0,181641	0,1906792	0,24139318	0,15638468
SSD	272	0,018522	0,0176124	0,026103	0,0142669
			$x\,y$		
SP		−2,176	−2,13392	−2,58664	−1,92076
S_iS_j/n		0	0	0	0
SPD_{xy}		−2,176	−2,13392	−2,58664	−1,92076
S/n	0	0,190594	0,195285	0,219724	0,176854
Ecuația stabilită		$Y = 0{,}190594 - 0{,}008\,x$	$Y = 0{,}195205 - 0{,}00785\,x$	$Y = 0{,}219724 - 0{,}009487\,x$	$Y = 0{,}176854 - 0{,}00669\,x$
Dispersiile		$S_2^2 = 17{,}408.10^{-3}$ $S_1^2 = 0{,}374.10^{-3}$	$S_2^2 = 16{,}75.10^{-3}$ $S_1^2 = 0{,}454.10^{-3}$	$S_2^2 = 24{,}476.10^{-3}$ $S_1^2 = 0{,}5423.10^{-3}$	$S_2^2 = 12{,}84988.10^{-3}$ $S_1^2 = 0{,}412.10^{-3}$
Criteriul Fischer		46,5	36,89	45,1	27,2
Probabilitatea P_F %		<99 %	<99 %	<99 %	<96 %
Criteriul „Student”		6,8	6,1	6,7	5,1
Probabilitatea $P_{\|tb\|}$ %		<99 %	<99 %	<99 %	<98 %

Prin urmare, valoarea medie a mărimii $f(y)$ poate fi o funcţie liniară de $g(x)$ şi în consecinţă ecuaţia dreptei empirice a regresiei este de forma

$$y = a + b(x_i - \bar{x}_i) \tag{3}$$

unde

$$a = \frac{S_y}{n}; b = \frac{SPDx_iy_i}{SSD_x}; x = \frac{Sx_i}{n}.$$

Prin efectuarea calculelor cu datele obţinute la încălzirea oţelurilor OLC 50, OLC 55, Arc 7 şi 41 C N12 la 850° C, timp de 60 minute, pe baza analizei regresive cu o variabilă îndependentă s-au stabilit ecuaţiile matematice prezentate în tabela 3. Valorile y, funcţie de x, stabilite cu ajutorul acestor ecuaţii verifică în mare măsură datele experimentale. Dependenţa între y şi x arată o corelaţie strînsă între aceste mărimi, fapt stabilit cu ajutorul criteriilor de verificare Fischer şi Student pentru care probabilităţile calculate au valori mai mari de 95%.

Din considerarea datelor experimentale rezultă că în domeniul temperaturilor medii circa 800—850° C, procesul de decarburare se desfăşoară în regim cinetic fiind controlat de interacţiunile chimice dintre componenţii fazei gazoase şi reacţiile de pe suprafaţa gaz-metal.

Pe baza datelor experimentale obţinute la încălzirea oţelurilor la temperaturi de 950° C cu ajutorul metodelor de calcul ale matematicii statistice s-a putut deduce o relaţie de forma

$$\log \log 100\, y = a + bx \tag{4}$$

respectiv :

$$\log \log 100\, y = a + b(x_i - \bar{x}_i) \tag{5}$$

care are la bază transformarea curbei $y = f(x)$, într-o dreaptă. Folosindu-se datele experimentale privind încălzirea celor patru oţeluri la 950° C timp de 60 minute s-au obţinut ecuaţiile matematice prezentate în tabela 4 care ne arată corelaţia dintre conţinutul de carbon (y) şi valorile punctului de rouă °C (x) la temperaturi înalte. În aceste condiţii, această dependenţă ne mai fiind liniară ne permite să tragem concluzia că procesul de decarburare se desfăşoară în regim intermediar bazat pe fenomene topochimice şi de difuzie. Caracterul complex al procesului se datoreşte condiţiilor hidrodinamice de curgere a fluidului gazos la suprafaţa de reacţie ; în felul acesta, în procesul de difuzie pot coexista două etape : difuzia exterioară şi cea interioară.

Încercările experimentale efectuate au permis să se stabilească valorile optime ale punctului de rouă pentru unele oţeluri de fabricaţie indigenă ; respectarea acestor valori ale punctului de rouă în domeniul de temperatură studiat contribuie la preîntîmpinarea decarburării acestor oţeluri în timpul încălzirii în vederea prelucrării la cald în stare solidă.

Primit la redacţie la data de 2 noiembrie 1970.

BIBLIOGRAFIE

1. A. A. Smikov, *Bazele teoretice pentru folosirea atmosferei endoterme*, Metallovedenie, *8* (1961).
2. L. Jenkins, *Controlied Atmospheres for the Treatment of Metals*, London, Chapman and Lalle Ltd, 1951.
3. M. Bost, *Atmosphères entothermiques pour fours industriels*. La Technique moderne, *6* (1962).
4. W. Göhring, *Eigenschaften Erzeugung und Anwendung von Schutz und Reaktionsgasen für die Wärmebehandlung von Metallen*. Werkstatt und Betrieb, **97**, *5* (1964).
5. I. Tripşa, Fl. Oprea, L. Dragomir, *Bazele teoretice al metalurgiei extractive*, Bucureşti, Ed. tehnică, 1967.
6. W.. J. Hahn, *Ofenatmosphäre und Wärmebehandlung*. Werkstatt und Betrieb, **94**, *7* (1961).
7. A. Hald, *Statistical tables and formules*, New York, 1952.
8. Gh. Mihoc şi O. Onicescu, *Calculul probabilităţilor şi aplicaţii*, Ed. Academiei, 1956.
9. A. Hald, Matematisceskaia statistica a tehniceskimi prilojeniami (trad. din lb. engleză) — Moscova (1956).

MECANISMUL SOLUBILIZĂRII ÎN AUTOCLAVĂ A MONOSULFURILOR DE CUPRU

FL. OPREA, D. TALOI, P. MOLDOVAN
Institutul politehnic, București

În lucrare se studiază mecanismul și cinetica solubilizării Cu_2S în acid sulfuric sub presiune de oxigen, stabilindu-se rolul important pe care îl are temperatura, presiunea parțială a oxigenului, catalizatorii și aciditatea soluției asupra procesului.

S-a stabilit că solubilizarea Cu_2S, care este un semiconductor de tip n, decurge în două etape: în prima se oxidează și trece în soluție cantitatea de cupru în exces față de CuS, iar în etapa a doua are loc o solubilizare lentă, după o reacție de ordinul zero, a CuS obținut în prima etapă. S-a putut pune în evidență existența a două domenii de temperatură, explicabile dacă solubilizarea Cu_2S se consideră ca o reacție electrochimică.

S-a constatat că adaosul de ioni catalitici (Fe^{2+}) contribuie la accelerarea procesului de dizolvare deoarece, prin modificarea nivelului Fermi, contribuie la creșterea numărului de molecule de oxigen chemosorbite, la echilibru (N_{O_2}, a) pe suprafața semiconductorului: N_{O_2}, $a = \left[\frac{\varkappa}{2\pi l} \cdot n_0 \cdot V_f\right]^{1/2}$.

Creșterea pronunțată a reactivității Cu_2S la adaosul de catalizator confirmă faptul că oxidarea în autoclavă poate avea la bază un mecanism galvanic.

Pentru cele două domenii de temperatură s-au determinat două valori ale energiei de activare:

$$\log K = -1{,}2806 - \frac{957{,}7}{T};\ E_{act} = 4\,380 \text{ cal/mol } (t < 80^\circ \text{C})$$

$$\log K = +8{,}175 - \frac{4{,}466}{T};\ E_{act} = 20\,400 \text{ cal/mol } (t > 120^\circ \text{C})$$

1. INTRODUCERE

Procedeele care se bazează pe oxidarea sulfurilor metalice în suspensie apoasă, în prezența oxigenului, joacă un rol important în metalurgia modernă. Cercetările în acest domeniu au fost începute în anii dintre cele două războaie mondiale. Dar, elaborarea unor soluții tehnologice remarcabile s-a reușit numai în anii postbelici. Una din primele realizări a fost patentarea tehnologiilor de leșiere a concentratelor de

Cu—Zn şi a concentratelor zincoase prin metoda „Sheritt-Gordon". În ultimii ani leşierea în autoclavă sub presiune de oxigen a fost extinsă şi asupra minereurilor şi concentratelor mai complexe, de exemplu Co—Ni—Cu.

Pentru a scurta ciclul de leşiere este necesar să se adauge substanţe care catalizează procesul de oxidare al sulfurilor metalice în autoclavă, dacă aceste substanţe nu sînt conţinute în minereu sau conţinutul lor este prea redus pentru a avea o eficienţă ridicată.

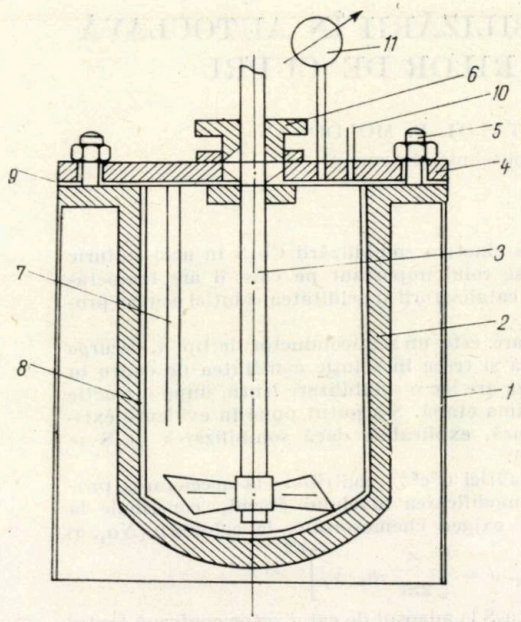


Fig. 1. — Autoclavă de laborator.
1 — manta exterioară; 2 — corpul autoclavei; 3 — agitator; 4 — capac; 5 — şuruburi de stringere; 6 — sistem de etanşare; 7 — teacă pentru termometru; 8 — căptuşală antiacidă; 9 — garnitură; 10 — orificiu pentru introducerea oxigenului; 11 — manometru.

În prezent există un mare număr de lucrări [1]—[13] care confirmă posibilitatea utilizării proceselor de leşiere în autoclavă în cazul materialelor cuproase, zincoase, plumboase, însă datele diferiţilor autori despre chimismul şi cinetica dizolvării sulfurilor de cupru, zinc, fier etc. sînt relativ puţine şi uneori contradictorii, fapt ce a determinat mersul investigaţiilor prezentei lucrări.

2. TEHNICA EXPERIMENTALĂ

Experienţele s-au realizat cu ajutorul unei autoclave (fig. 1) de construcţie germană (G. Neuman — Heidenau/Sachs) tip S 5 MG-50. Volumul total: 3,85l, presiunea maximă: 50 at., temperatură maximă: 265° C.

Caracteristicile motorului de acţionare: $U = 110$ V, $P = 0{,}1$ kW, $n = 85$ ture/minut.

Cercetările au fost efectuate cu substanţe chimice pure, preparate în laborator; Cu_2S a avut o granulaţie cuprinsă în intervalul 0,06—0,15 mm iar $FeSO_4 .7\, H_2O$ s-a utilizat drept catalizator de reacţie.

3. REZULTATELE EXPERIMENTALE. INTERPRETAREA LOR

În literatura de specialitate există un punct de vedere [5], [10] care susţine că procesul de leşiere în autoclavă se desfăşoară într-un singur stadiu, avînd la bază următoarele reacţii:

$$Cu_2S + 5/2 O_2 + H_2SO_4 = 2\, CuSO_4 + H_2O \qquad (1)$$

$$Cu_2S + O_2 + 2\, H_2SO_4 = 2\, CuSO_4 + S^\circ + 2\, H_2O. \qquad (2)$$

Ambele reacţii decurg simultan şi paralel.

Un alt punct de vedere care s-a impus în ultimul timp [2], [4], [6] susţine că procesul decurge în două stadii conform următoarelor reacţii:

$$Cu_2S + 1/2O_2 = CuS + CuO \quad (3)$$

$$CuS + 2O_2 = Cu^{2+} + SO_4^{2-} \quad (4)$$

$$CuS + 1/2O_2 + 2H^+ = Cu^{2+} + S^\circ + H_2O. \quad (5)$$

Experienţele noastre au confirmat cea de-a doua ipoteză (tabela 1, fig. 2): în primul stadiu se oxidează şi se solubilizează cantitatea de cupru în exces faţă de CuS (3), stadiu care decurge foarte rapid (cîteva minute) la temperaturi mai mari de $\sim 100^\circ$ C; în stadiul următor are loc o solubilizare lentă a CuS obţinut ca produs intermediar (3), conform reacţiilor (4) sau (5) (ultima reacţie fiind probabilă numai la concentraţii de $H_2SO_4 \geqslant 70$ g/l).

Prezenţa a două domenii diferite de temperaturi poate fi explicată, dacă se consideră procesul de dizolvare a Cu_2S care este semiconductor, drept o reacţie electrochimică (ca şi coroziunea metalelor) (fig. 3).

Se ştie că la chemosorbţia de anioni (în acest caz oxigenul) pe suprafaţa unui semiconductor de tip n (Cu_2S), electronii proveniţi din centrii donori din stratul superficial al semiconductorului au tendinţa să treacă de pe semiconductor spre oxigen. Această trecere de electroni se diminuează pe măsură ce epuizarea centrilor donori avansează, formîndu-se o sarcină spaţială în stratul limită care constituie o barieră de potenţial împotriva unui nou transport de electroni. Starea de echilibru se atinge atunci cînd energia potenţială a electronilor în semiconductor determinată de potenţialul Fermi (E_F) devine egală cu potenţialul electronilor în stratul de adsorbţie (potenţial M — fig. 4).

Variaţia temperaturii determină apariţia de centri activi diferiţi pentru chemosorbţia oxigenului. La temperaturi mai joase, centrii superficiali cu energia de activare mai mică sînt ocupaţi rapid, iar la temperaturi mai ridicate apar centri activi în straturile mai profunde ale cristalului semiconductor.

Pentru această *teorie a stratului limită a chemosorbţiei* se poate stabili o relaţie analoagă celei folosite de Schotky pentru modelul contactelor semiconductori-metale:

$$N_a = \left[\frac{\varkappa}{2\pi 1} \cdot n_0 \cdot V_f \right]^{1/2}, \quad (6)$$

unde: N_a — numărul de molecule de O_2 adsorbite la echilibru;
$\varkappa$ — constanta dielectrică;
n_0 — concentraţia centrilor de impurităţi în semiconductor;
V_f — bariera de potenţial.

După cum se vede din relaţia (6), numărul de molecule adsorbite poate fi mărit, fie prin mărirea concentraţiei de impurităţi în semiconductor, fie prin modificarea nivelului Fermi.

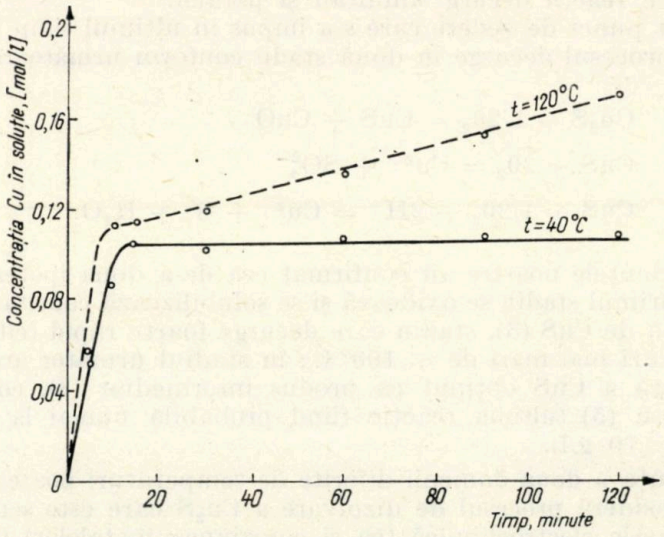


Fig. 2. — Influența duratei și a temperaturii asupra procesului de leșiere a Cu_2S.

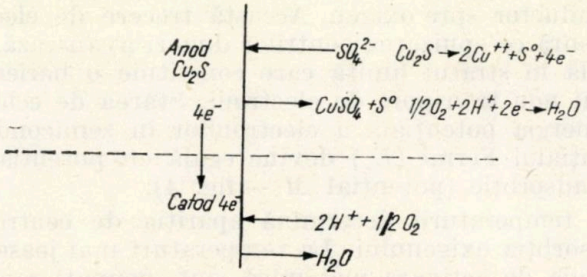


Fig. 3. — Reacții electrochimice la dizolvarea Cu_2S.

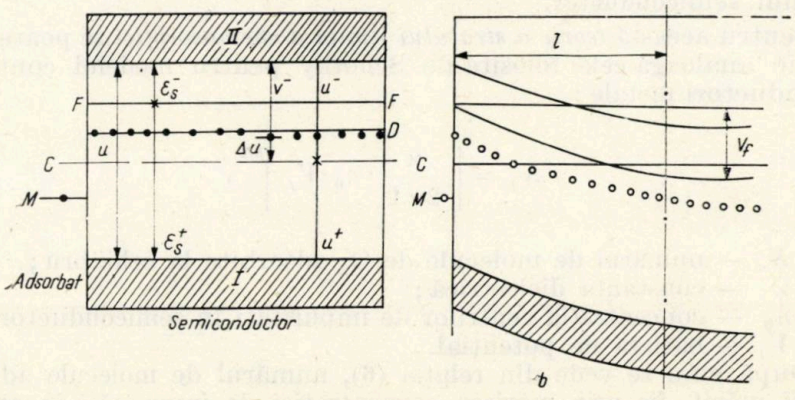


Fig. 4. — Reprezentarea schematică a chemosorbției de anioni la un semiconductor de tip *n*

Modificarea nivelului Fermi s-a realizat practic în prezenta lucrare, la dizolvarea Cu_2S prin adaos de ioni catalitici potențiali de fier. În acest caz particulele chemosorbite (ioni catalitici) pot fi considerate în cazul semiconductorilor drept impurități de suprafață constituind cu rețeaua cristalină a semiconductorilor un singur sistem mecanic-cuantic. Transferul electronului particulei adsorbite, în zona de conducție care se produce la formarea legăturii donoare puternice necesită energia v^- (fig. 4). Conform statisticii Fermi-Dirac, raportul dintre numărul de particule legate de suprafață printr-o legătură donoare puternică (N^-) și numărul total de particule legate de suprafață printr-o legătură donoare puternică și una slabă ($N^- + N^\circ$) se exprimă prin relația

$$\frac{N^-}{N^- + N^\circ} = \frac{1}{1 + e^{\frac{\varepsilon_s^- - u^-}{RT}}} \tag{7}$$

În mod analog, numărul relativ de particule legate de suprafață printr-o legătură acceptoare puternică este

$$\frac{N^+}{N^+ + N^\circ} = \frac{1}{1 + e^{\frac{\varepsilon_s^+ - u^+}{RT}}} \tag{8}$$

$$\text{Introducînd notațiile } \beta^- = \frac{N^-}{N};\ \beta^\circ = \frac{N^\circ}{N};\ \beta^+ = \frac{N^+}{N} \tag{9}$$

în care N — numărul total de particule chemosorbite) și ținînd seama că

$$\beta^- + \beta^\circ + \beta^+ = 1 \tag{10}$$

se obține

$$\beta^\circ = \frac{1}{1 + 2\, e^{-\frac{\Delta u}{RT}} \operatorname{ch} \frac{\varepsilon_s^+ - u^+}{RT}}, \tag{11}$$

$$\beta^- = \frac{e^{-\frac{\Delta u}{RT} + \frac{\varepsilon_s^+ - u^+}{RT}}}{1 + 2\, e^{-\frac{\Delta u}{RT}} \operatorname{ch} \frac{\varepsilon_s^+ - u^+}{RT}}, \tag{12}$$

$$\beta^+ = \frac{e^{-\frac{\Delta u}{RT} - \frac{\varepsilon_s^+ - u^+}{RT}}}{1 + 2\, e^{-\frac{\Delta \nu}{RT}} \operatorname{ch} \frac{\varepsilon_s^+ - u^+}{RT.}} \tag{13}$$

Din relaţiile (11), (12) şi (13) se observă că, la echilibrul electronic stabil, conţinuturile relative de particule chemosorbite β^0, β^-, β^+ şi deci viteza reacţiei catalitice, legată de concentraţia formelor reactive, depind de poziţia nivelului Fermi, de intervalul energetic dintre zona de valenţă şi cea de conducţie, precum şi de poziţia nivelului local al particulelor chemosorbite.

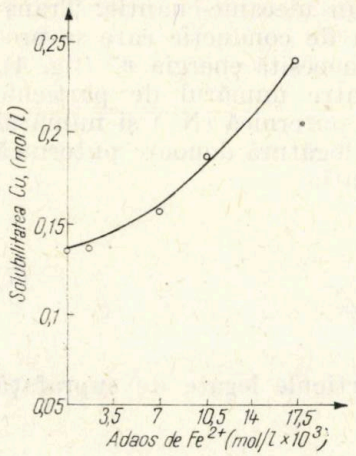


Fig. 5. — Influenţa ionilor de Fe^{2+} asupra leşierii Cu_2S.

Particula chemosorbită legată de suprafaţă printr-o legătură puternică, reţine electronul sau golul liber al reţelei cristaline. Aceasta duce la modificarea densităţii sarcinii electrice de suprafaţă şi prin urmare la încărcarea ei şi la deplasarea poziţiei nivelului Fermi pe suprafaţa cristalului.

Experimental s-a constatat că prin adăugarea de ioni Fe^{2+} extracţia cuprului creşte considerabil (tabela 2, fig. 5). În soluţia care conţine oxigen, ionii Fe^{2+} se oxidează la ioni Fe^{3+} care apoi acţionează suplimentar asupra CuS rezultat în primul stadiu, conform reacţiei

$$CuS + 2\,Fe^{3+} \rightarrow Cu^{2+} + S^0 + 2\,Fe^{2+}. \quad (14)$$

Reoxidarea ionilor feroşi la ioni ferici are loc astfel:

$$2\,Fe^{2+} + 1/2O_2 + 2H^+ \rightarrow 2\,Fe^{3+} + H_2O. \quad (15)$$

Tabela 1

Influenţa duratei şi a temperaturii asupra procesului de leşiere a Cu_2S

Temp. = 40° C şi 120° C; P_{O_2} = 10 at.; aciditatea = 40 g/l H_2SO_4

Nr. crt.	Timp (min)	Concentraţia Cu în soluţie T = 40° C		Concentraţia Cu în soluţie T = 120°C	
		mol/l	%	mol/l	%
1	5	0,049	19,5	0,056	22,3
2	10	0,086	34,2	0,111	44,2
3	15	0,102	40,5	0,114	45,4
4	30	0,101	40,3	0,120	47,7
5	60	0,105	41,8	0,136	54,2
6	90	0,108	43,1	0,151	60,2
7	120	0,110	43,8	0,168	67,0

Deoarece primul stadiu de solubilizare a Cu_2S la 120° C şi P_{O_2} = 10 at. decurge foarte rapid, fiind terminat în cîteva minute (fig. 2) n-a fost posibilă stabilirea cineticii procesului în acest caz. În cele ce urmează ne vom referi la stadiul doi al procesului, unde s-a constatat (fig. 2, tabela 1) o dependenţă de timp liniară a cantităţii de cupru dizolvat în soluţie.

Această ipoteză s-a verificat aplicînd metoda analizei regresive liniare, cu probabilitatea $P_F \simeq 1$. De asemenea, panta dreptei, care reprezintă de fapt valoarea constantei vitezei de reacţie se verifică cu

Tabela 2

Influenţa ionilor de Fe^{2+} asupra leşierii Cu_2S

Temp. = 120° C; P_{O_2} = 10 at.; aciditatea = 0,408 moli/l H_2SO_4; durata = 1 h

Nr. crt.	Adaos de ioni Fe^{2+} moli/l	Concentraţia Cu în soluţie	
		moli/l	%
1	0	0,136	54,2
2	0,00175	0,138	55,0
3	0,007	0,158	63,0
4	0,0105	0,186	74,0
5	0,0175	0,238	95,0

probabilitatea $P_{|b|} \simeq 1$ (tabela 3). În acest scop s-au făcut notaţiile:

y = valorile concentraţiilor Cu (mol/l) (C_{Cu})

x — timpul (minute) (t)

$$S_x = \sum_{i=1}^{6} x_i = 325$$

$$SS_x = \sum_{i=1}^{6} x_i^2 = 27325$$

$$\frac{S_x^2}{6} = \frac{\left(\sum_{i=1}^{6} x_i\right)^2}{6} = 17604$$

$$SSD_x = SS_x - S_x^2/6 = 9721$$

$$SP = \sum_{i=1}^{6} x_i y_i = 48{,}33$$

$$\frac{S_x S_y}{n} = \frac{\sum_{i=1}^{6} x_i \sum_{i=1}^{6} y_i}{6} = 43{,}33$$

$$SPD_{xy} = SP - S_x S_y/6 = 5$$

$$\frac{S_y}{n} = \frac{\sum_{i=1}^{6} y_i}{6} \; 0{,}1333$$

Tabela 3

Aplicarea metodei analizei regresive liniare la stabilirea ordinului de reacție

Se fac notațiile : y = valorile concentrațiilor Cu (mol/l) ;
x = timpul (minute)

$$S_x = \sum_{i=1}^{n} x_i ; \quad SS_x = \sum_{i=1}^{n} x_i^2 ; \quad \frac{S_x^2}{n} = \frac{\left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2}{n}$$

$$SSD_x = SS_x - \frac{S_x^2}{n} ; \quad SP = \sum_{i=1}^{n} x_i y_i ; \quad \frac{S_x S_y}{n} = \frac{\left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)\left(\sum_{i=1}^{n} y_i\right)}{n}$$

$$SPD_{xy} = SP - \frac{S_x S_y}{n} ;$$

Considerăm că ecuația va avea forma : $y = a + b\,(x - \bar{x})$,

unde $a = \frac{S_y}{n}$; $b = \frac{SPD_{xy}}{SSD_x}$ și $\bar{x} = \frac{S_x}{n}$

Notațiile	x	y
n	6	6
S	325	0,8
SS	27 325	0,109238
$\frac{S^2}{n}$	17 604	0,106667
SSD	9 721	0,002571
SPD_{xy}	5	
SP	48,33	
$\frac{S_x S_y}{n}$	43,33	
a	0,1333	
b	0,000514	
$\bar{x}$	54,167	

$$F = \frac{S_2^2}{S_1^2} = \frac{\dfrac{bSPD_{xy}}{1}}{\dfrac{SSD_y - bSPD_{xy}}{n-2}}$$

$F = 10280$; $P_F \simeq 1$

$$|t_b| = \frac{b}{S_b} = \frac{b}{\sqrt{\dfrac{S_1^2}{SSD_x}}}$$

$|t_b| \simeq 101$; $P_{|t_b|} \simeq 1$

$y = 0{,}000514\,x + 0{,}1055$; $C_{Cu} = Kt + Co$; $C_{Cu} = 0{,}000514\,t + 0{,}1055$

$$\bar{x} = \frac{S_x}{n} = \frac{\sum_{i=1}^{6} x_i}{6} = 54{,}167.$$

Ecuaţia va avea forma :

$$y = a + b\,(x - \bar{x}),$$

unde

$$a = \frac{S_y}{n} = 0{,}1333,$$

$$b = \frac{SPD_{xy}}{SSD_x} = 0{,}000514,$$

$$y = 0{,}1333 + 0{,}000514\,(x - 54{,}167),$$

$$y = 0{,}1055 + 0{,}000514\,x,$$

adică :

$$C_{Cu} = 0{,}1055 + 0{,}000514\,t,$$

$$F = \frac{S_2^2}{S_1^2} = 10280\,;\ P_F \simeq 1,$$

$$|t_b| = \frac{b}{S_b} = 101\,;\ P_{|tb|} \simeq 1.$$

Pe baza celor expuse se poate afirma că reacţia, în stadiul doi al procesului este de ordinul zero, dependenţa concentraţiei funcţie de timp fiind de forma :

$$C_{Cu} = 0{,}000514\,t + 0{,}1055. \qquad (16)$$

Pentru calcularea energiei de activare s-au utilizat datele prezentate în tabela 4 şi figura 6. Din figura 6 se observă că dependenţa

Tabela 4

Influenţa temperaturii asupra constantei vitezei de reacţie

Nr. crt.	Temp °C	t_{C_1} (min.)	t_{C_2} (min.)	$C_1^{*)}$ (mol/l)	$C_2^{**)}$ (mol/l)	log $K^{***)}$
1	40	15	60	0,102	0,1039	−4,37
2	60	15	60	0,104	0,1076	−4,10
3	80	15	60	0,106	0,1103	−4,02
4	100	15	60	0,108	0,1160	−3,75
5	120	10	60	0,111	0,1378	−3,27
6	140	10	60	0,113	0,2445	−2,58

Observaţii : *) – concentraţia de Cu în soluţie (după terminarea primului stadiu) la timpul t_{C_1};

**) – concentraţia de Cu în soluţie (după terminarea primului stadiu) la timpul t_{C_2};

***) – constanta vitezei de reacţie pentru stadiul al doilea al procesului.

$\log K = f\left(\frac{1}{T}\right)$ se prezintă sub forma unei curbe ale cărei ramuri pot fi asimilate cu două drepte : prima ramură pentru $t > 120°$ C şi a doua pentru $t < 80°$ C. S-au determinat deci două valori pentru energia de activare, corespunzătoare celor două domenii de temperatură. În acest

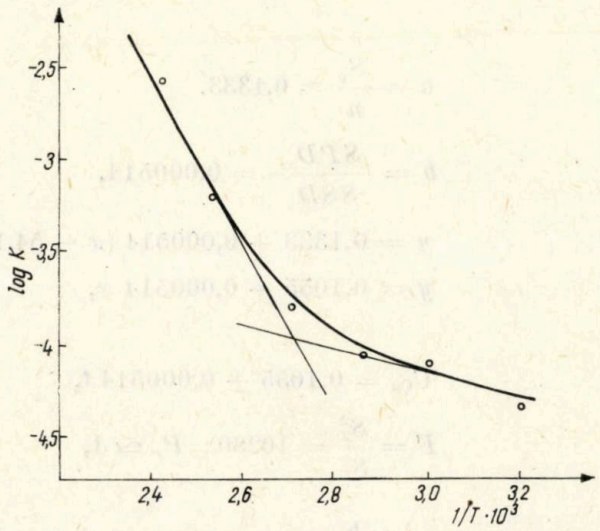


Fig. 6. — Influenţa temperaturii asupra constantei vitezei de reacţie.

scop s-au stabilit ecuaţiile celor două drepte şi prin comparare cu relaţia lui Arrhenius :

$$\log K = -\frac{E_{act.}}{4{,}575\ T} + \log K_0 \qquad (17)$$

s-au determinat valorile energiilor de activare. Rezultatele calculelor sînt

$$\text{I}: \quad \log K = -1{,}2806 - \frac{957{,}7}{T}; \quad E_{act.} = 4380 \text{ cal/mol } (t < 80° \text{ C}), \qquad (18)$$

$$\text{II}: \quad \log K = -8{,}175 - \frac{4466}{T}; \quad E_{act.} = 20\,400 \text{ cal/mol } (t > 120° \text{ C}). \qquad (19)$$

Viteza de trecere a cuprului în soluţie (tabela 6, fig. 7) este direct proporţională cu rădăcina cubică a presiunii parţiale a O_2. Explicaţia constă în faptul că procesul de leşiere a Cu_2S are la bază reacţia heterogenă între substanţa solidă şi oxigenul dizolvat, adsorbţia acestuia jucînd

Tabela 5

Determinarea valorilor energiei de activare pentru stadiul doi al procesului de leşiere a Cu_2S

$$y = \log K;$$

Se fac notaţiile:

$$x = \frac{1}{T} \cdot 10^3$$

(Restul notaţiilor idem ca la tabela 3)

Notaţiile	x		y	
	$t < 80$ °C	$t > 120$°C	$t < 80$° C	$t > 120$° C
n	3	3	3	3
S	9,03	7,64	−12,49	− 9,60
SS	27,2489	19,4904	52,0673	31,4118
S^2/n	27,1803	19,4565	52,000	30,72
SSD	0,0686	0,0339	0,0673	0,6918
SP	−37,6606			−24,5994
S_xS_y/n	−37,5949			−24,4480
SPD_{xy}	− 0,0657			− 0,1514
a	− 4,1633			− 3,2
b	− 0,9577			− 4,466
$\bar{x}$	3,01			2,547

$$y = 8{,}175 - 4466\,x;\ \log K = -\frac{E_{act.}}{4{,}575\,T} + C;\ \log K = 8{,}175 - \frac{4466}{T};$$

$$E_{act.} = 20\,400 \text{ cal/mol } (t > 120° \text{ C})$$

$$y = 1{,}2806 - 957{,}7\,x;\ \log K = \frac{-E_{act.}}{4{,}575\,T} + C;\ \log K = -1{,}2806 - \frac{957{,}7}{T};$$

$$E_{act.} = 4380 \text{ cal/mol } (t < 80° \text{ C}).$$

Tabela 6

Influenţa presiunii parţiale a oxigenului asupra procesului de leşiere a Cu_2S

Temp. = 120°C; aciditatea = 40 g/l H_2SO_4; durata procesului = 60 min.

Nr. crt.	P_{O_2} (at.)	Concentraţia Cu în soluţie	
		mol/l	%
1	1	0,065	25,8
2	4	0,096	38,2
3	7	0,12	47,7
4	10	0,136	54,2
5	12	0,142	56,6
6	15	0,15	59,8

un rol însemnat. În aceste condiţii, între viteza de reacţie şi porţiunea de suprafaţă (θ) acoperită de oxigenul adsorbit există relaţia:

$$\frac{dx}{dt} = K\theta. \qquad (20)$$

Pentru θ este valabilă izoterma de adsorbţie a lui Langmuir care în cazul de faţă capătă forma

$$\theta = \frac{ap^{1/3}}{1+ap^{1/3}}; \tag{21}$$

unde : a — este o constantă funcţie de temperatură care defineşte poziţia echilibrului adsorbţiei.

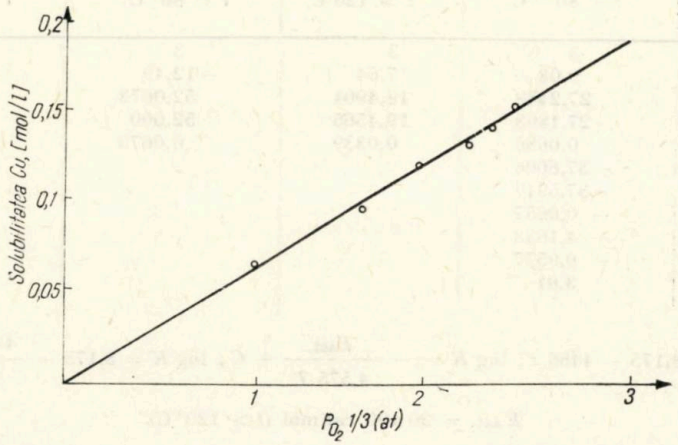


Fig. 7. — Influenţa presiunii parţiale a O_2 asupra leşierii Cu_2S.

Pentru presiuni nu prea mari, sau în cazul unei acoperiri slabe cu oxigen, $ap^{1/3}$ capătă valori mici şi ecuaţia (21) devine

$$\theta = ap^{1/3}. \tag{22}$$

Introducînd valoarea lui θ în (20) se obţine relaţia

$$\frac{dx}{dt} = K\, ap^{1/3} \tag{23}$$

care arată că viteza procesului de leşiere este proporţională cu rădăcina cubică a presiunii parţiale a oxigenului.

Pentru stabilirea domeniului optim de variaţie a concentraţiei soluţiei de H_2SO_4 s-a avut în vedere faptul că reacţiile (3)—(5) arată necesitatea unei cantităţi minime de H_2SO_4 (15—18 g/l) capabilă să lege cupru în sulfat.

Din datele experimentale s-a constatat (tabela 7, fig. 8) că o creştere a concentraţiei H_2SO_4 pînă la 40—50 g/l conduce la o mărire a cantităţii de cupru trecut în soluţie; mărirea concentraţiei peste această limită (pînă la 80 g/l) nu mai influenţează asupra procesului de solubilizare, fapt confirmat şi de alte lucrări [2], [3].

Valorile mari ale energiilor de activare corespunzătoare solubilizării Cu_2S, arată că procesul de leşiere în autoclavă în condiţiile experimentale s-a desfăşurat în regim cinetic. Schimbarea bruscă de reactivitate prin adaosul de catalizator dovedeşte mecanismul galvanic pentru reacţia de

Tabela 7

Influenţa aciditătii asupra procesului de leşiere a Cu_2S

Temp. = 120°C; durata procesului = 60 min.; P_{O_2} = 10 at.

Nr. crt.	Concentraţia H_2SO_4 g/l	Concentraţia Cu în soluţie	
		mol/l	%
1	20	0,105	41,9
2	25	0,109	43,5
3	30	0,188	47,0
4	35	0,125	49,8
5	40	0,136	54,2
6	50	0,137	54,5
7	60	0,138	55,0
8	70	0,138	55,0
9	80	0,139	55,5

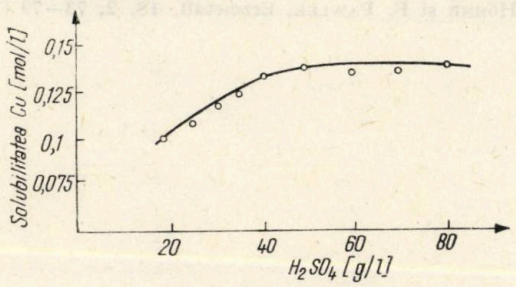


Fig. 8. — Influenţa aciditătii asupra procesului de leşiere a Cu_2S.

leşiere a Cu_2S la temperaturi relativ joase. În aceste condiţii se pot desfăşura următoarele reacţii de electrod:

reacţia anodică: $Cu_2S = 2\,Cu^+ + S^\circ + 2e$ (24)

reacţia catodică: $O_2 + 4H^+ + 4e = 2\,H_2O$. (25)

De subliniat că pentru cataliza electronică (oxido-reducătoare) a reacţiei de solubilizare a Cu_2S trebuie să fie îndeplinite următoarele condiţii:

— cristalele de semiconductor (Cu_2S) să fie activate prin pătrunderea şi încorporarea ionilor de catalizatori în locul Cu în straturile superficiale ale reţelei;

— catalizatorul să fie capabil să formeze un cuplu redox care să participe la reacţiile chimice dintre sulfuri şi oxigen.

În condiţiile leşierii acide a concentratelor de cupru în autoclavă sub presiune de oxigen, alegerea unei compoziţii corespunzătoare a materialului care se supune dizolvării din punct de vedere al conţinutului de element catalitic potenţial, este o problemă de o deosebită importanţă de care depinde, în bună măsură, economicitatea procedeului.

Primit la redacţie la data de 23 octombrie 1970.

BIBLIOGRAFIE

1. G. Björling, Metall Zeits., oct., 781—784 (1959).
2. J. Dahms, J. Gerlach şi alţii, Zeits. Erzbergbau Metallhüttenwesen, **20**, *5*, mai, 203—208 (1967).
3. H. Veltmann şi alţii, Journal of Metals, **19**, *2*, 21—25 (1967).
4. L. V. Ciugaev, *Tvetnaia metallurghia, Izvestia V.U.Z.*, **4**, 54—57 (1965).
5. V. I. Smirnov şi alţii, Tvetnaia metallurghia, Izvestia V.U.Z. *1*, 61—65 (1964).
6. I. H. Warren, Austr. J. Appl. Sc., **9**, *1*, 36—51 (1958).
7. F. Exner, J. Gerlach, F. Pawlek, Erzmetall, **5**, 219—227 (1968).
8. L. V. Moser, M. Behr, Z. anorg. chem., **134**, 49, 74 (1924).
9. S. F. Ravitz, J. phys. chem., **40**, 62—70 (1936).
10. G. N. Dobrohotov, E. V. Maiorova, J. prichd. himii, **36**, *10*, 2148 (1965).
11. W. Noddack, K. Wrabetz, Z. Electrochem., 96—102 (1955).
12. A. L., Smirnov, C. I. Lorin, Svz. v. obl. chim. l. tehnol. Mineral., *3*, 82—89 (1965).
13. J. Gerlach, H. Höhne şi F. Pawlek, Erzmetall, 18, 2, 73—79 (1965).

CONTRIBUȚII LA STUDIUL ACTIVITĂȚII TERMODINAMICE A OXIGENULUI ÎN BĂILE TOPITE DE FIER ȘI OȚEL, CU AJUTORUL PILELOR ELECTROCHIMICE CU ELECTROLIT SOLID

I. TRIPȘA, C. PUMNEA, C. FRENȚIU
Institutul politehnic, București

Obiectul studiului de față este stabilirea unei metode rapide pentru determinarea activității termodinamice a oxigenului, $a_{[O]}$ în băile topite de fier sau oțel.
Metoda propusă pentru determinarea rapidă a $a_{[O]}$ se bazează pe măsurarea potențialului electric dezvoltat într-o pilă electrochimică, alcătuită din electrozi (Pt—W), separați printr-un electrolit solid din ZrO_2—CaO, caracterizat printr-o conductibilitate ionică ridicată.
Cunoscînd valoarea potențialului electric (f.e.m.) se determină $a_{[O]}$, respectiv conținutul de oxigen în baia metalică, [% O] prin folosirea legii lui Nernst.
În lucrare sînt prezentate mai multe tipuri de pile electrochimice pentru determinări periodice și continue, experimentate în fază de laborator, precum și unele cu aplicații industriale.
Pilele electrochimice pentru determinarea $a_{[O]}$ pot avea numeroase aplicații în activitatea de cercetare și în practica uzinală.

1. INTRODUCERE

Un parametru foarte important al conducerii corecte al elaborării oțelului este conținutul de oxigen al băii metalice, de care depinde în final calitatea oțelului.

Prin cunoașterea gradului de oxidare al băii metalice se poate conduce în mod corect procesul de dezoxidare, cu diminuarea conținutului de oxigen în limitele prescrise pentru diversele mărci de oțeluri. Prin aceasta se reduce conținutul de incluziuni nemetalice, care are ca urmare îmbunătățirea caracteristicilor mecanice ale oțelului.

Problema conducerii corecte a procesului de dezoxidare capătă o acuitate deosebită în cazul elaborării oțelurilor de înaltă rezistență și cu destinație specială, pentru care se impun condiții severe de puritate.

Din această cauză în ultima vreme s-au pus la punct diverse metode pentru determinarea conținutului de oxigen din baia metalică, pe probe prelevate în decursul elaborării și analizate apoi după solidificare.

Asemenea metode necesită o aparatură foarte complicată și costisitoare, iar analizele obținute necesită un timp îndelungat, care face ca

St. cerc. metalurg., tom. 16, nr. 1, 1971, p. 27—41

ele să fie inoperante în conducerea directă a elaborării. Datorită acestor neajunsuri s-a născut ideea găsirii unor metode pentru determinarea directă a conținutului de oxigen în baia metalică. În felul acesta factorul [O] sau $a_{[O]}$ devine un parametru tehnologic operant în conducerea procesului de elaborare a oțelului întocmai ca și temperatura.

Determinarea continuă a conținutului de oxigen în baia metalică combinată cu înregistrarea automată a datelor sub forma unor curbe contribuie la reglarea corectă a adausurilor de dezoxidanți și stabilirea precisă a momentului de adăugare al acestora.

Prin aceasta se realizează economie de feroaliaje și elemente de dezoxidare, în majoritatea cazurilor materiale deficitare. Totodată se reglează mai precis natura și compoziția produselor de dezoxidare primară, fapt care duce în final la reducerea conținutului de incluziuni nemetalice în oțel.

În lumina celor prezentate mai sus, lucrarea de față își propune ca pe baza datelor din literatura de specialitate și a unor experimentări proprii să contribuie la găsirea unei metode eficiente pentru determinarea directă a conținutului de oxigen din baia metalică topită.

2. PRINCIPIUL METODEI ȘI CONSIDERAȚII TEORETICE

Metoda propusă constă în determinarea foarte rapidă a activității oxigenului în metalul topit, pe baza potențialului electric dezvoltat într-o pilă electrochimică, alcătuită din doi electrozi, de exemplu din platină, separați printr-un electrolit solid de forma:

Aer	Electrolit solid	Metal lichid
$\mu_{1\,(O_2)}-Pt$	f.e.m.	$Pt-\mu_{2\,(O_2)}$

$\mu_{1\,(O_2)}$ și $\mu_{2\,(O_2)}$ sînt potențialele chimice de oxigen la cei doi electrozi de platină, legați de P_{O_2} printr-o relație de formă:

$$\mu = \mu_0 + RT \ln P_{O_2}. \tag{1}$$

După Wagner [1] o asemenea pilă electrochimică poate fi sediul unei forțe electromotoare E, care se poate exprima prin relația:

$$E = \frac{1}{4F}\int_{\mu_{1\,(O_2)}}^{\mu_{2\,(O_2)}} t\,(\text{ion})\,d\mu\,(O_2), \tag{2}$$

unde:

F — numărul lui Faraday = 23 060 cal/V,

$t = \dfrac{\sigma_{ion}}{\sigma_{total}}$ = numărul de transport ionic.

Din cercetările efectuate Kiukkola și Wagner [1] au rezultat că unii oxizi refractari, de exemplu ZrO_2 stabilizat cu CaO, pot fi folosiți ca electroliți solizi.

Aceeaşi proprietate o au şi oxizii de Hf şi Th, care poate fi îmbunătăţită prin mărirea deficitului de O^{2-} în reţea, ceea ce se poate realiza prin adaosul unui oxid metalic cu valenţa mai scăzută, de exemplu CaO pur.

Conductibilitatea electronică a electroliţilor solizi este un efect al delocalizării ionilor din nodurile reţelei cristaline. Ca atare sub acţiunea unui cîmp electronic puţin intens şi la o temperatură înaltă apare fenomenul de *electroconductibilitate ionică*.

În reţeaua cristalină a electrolitului solid, ionii şi golurile pot schimba locul şi fără acţiunea cîmpului electric exterior. Astfel la o temperatură suficient de înaltă se stabileşte un echilibru statistic.

Admiţînd o repartiţie Boltzmann, numărul ionilor care se deplasează în unitatea de volum este :

$$N = N_0 \cdot e^{\frac{-E_a}{2KT}} \tag{3}$$

unde K este constanta lui Boltzmann,

N_0 — numărul total al ionilor de o anumită specie,

E_a — energia de activare necesară pentru producerea unui defect.

Probabilitatea de migrare a unui defect în unitatea de timp este dată de o relaţie de tip Boltzmann

$$W = \nu e^{-E/KT} \tag{4}$$

în care E este energia de activare, necesară străpungerii barierei de potenţial,

ν — frecvenţa caracteristică ionilor.

Pe lîngă conductibilitatea ionică, electroliţii solizi pot prezenta şi o conductibilitate electronică prin deficit de electroni (tip p) sau prin exces de electroni (tip n), datorită existenţei unor electroni neparticipanţi în reţeaua cristalină.

În acest caz electroconductibilitatea totală apare ca o sumă a conductibilităţii ionice (σ_i) a conductibilităţii electronice prin deficit de ioni de tip p (σ_+) şi a conductibilităţii electronice prin exces de electroni, de tip n (σ_-) adică

$$\sigma_{total} = \sigma_{ion} + \sigma_{electr.} = \sigma_{ion} + \sigma_- + \sigma_+ \tag{5}$$

În cazul unui asemenea electrolit solid se pot remarca două situaţii extreme :

a) sarcina electrică este transportată numai de ioni ($\sigma_e \ll \sigma_i$) şi $t_{(ion)} = 1$;

b) sarcina electrică este transportată numai de electroni ($\sigma_i \ll \sigma_e$) şi $t_{(ion)} = 0$. În acest caz sîntem în prezenţa unui conductor de ordinul I.

Trebuie de menţionat că domeniul de conductibilitate ionică variază cu compoziţia electrolitului şi se îngustează din ce în ce mai mult o dată cu creşterea temperaturii.

Electroliţii solizi care prezintă cel mai mare interes pentru măsurarea f.e.m. la temperatură înaltă, sînt acei care posedă un domeniu

ridicat de conductibilitate ionică, de exemplu soluțiile solide de ZrO_2 cu un oxid metalic al cărui metal are o valență diferită (ZrO_2—CaO; ZrO_2—MgO; ZrO_2—Y_2O_3) pentru presiuni parțiale de oxigen relativ ridicate și soluțiile solide între ThO_2 și sesquioxizii metalelor pămînturilor rare ca La_2O_3 și Y_2O_3, pentru presiuni parțiale de oxigen foarte joase. S-a constatat că soluțiile solide pe bază de ZrO_2 posedă o conductibilitate ionică mai ridicată decît cele pe bază de ThO_2.

Electrolitul cel mai frecvent utilizat este soluția solidă ZrO_2—CaO cu 15% CaO.

S-a constatat că la 1600° C, temperatura medie de folosire a electrolitului în oțelul lichid, contribuția electronică la conductibilitatea totală este relativ slabă pînă la presiuni parțiale de oxigen, care pot atinge 10^{-10} at și chiar 10^{-12} at, ceea ce corespunde în cazul aliajelor lichide pure fier-oxigen la concentrații în oxigen de 0,025% — respectiv — 0,002%.

3. CONSTRUCȚIA PILEI ELECTROCHIMICE EXPERIMENTALE

Pe baza experimentărilor numeroase efectuate în condiții de laborator, colectivul a reținut schema constructivă a pilei electrochimice de oxigen din figura 1.

Dispozitivul este alcătuit dintr-un tub ceramic Pythagoras (*1*) cu diametrul de 25 mm în care se introduce teaca ceramică de protecție a unui termocuplu Pt—Pt.Rh (13% Rh).

Termoelementul Pt—Pt.Rh (*4*) este cufundat într-o pastilă presată de ZrO_2, stabilizată cu 15% CaO și amestecată cu 4% alcool polivinilic (sau un alt liant organic, de exemplu amidon). La prima cufundare în baia de metal topit organic arde și pastila de ZrO_2 sinterizează. În spațiul inelar dintre tubul ceramic exterior și teacă de protecția (*2*) se suflă un curent de aer uscat prin intermediul unui tub de curent care constituie gazul de referință, avînd o presiune parțială de oxigen bine determinată (presiunea parțială de referință).

Ca gaz de referință se pot utiliza și amestecuri gazoase de O_2—Ar, Co—Co_2, Co_2—H_2 sau H_2—H_2O cu debit constant și cu o presiune parțială de oxigen bine determinată.

Capetele termoelementelor sînt conectate, cu ajutorul unui cablu de compensație la bornele unui milivoltmetru termoregulator și înregistrator (*7*), cu gradația maximă pînă la 1600° C. Pentru temperaturi mai ridicate ale băii metalice sau în cazul unor măsurători continue ale activității oxigenului în baia metalică s-a folosit termoelementul Pt.Rh—Pt.Rh care are în compoziția termoelectrodului pozitiv 30% Rh iar în aceea a termoelectrodului negativ 6% Rh și care asigură măsurători continue ale temperaturii pînă la 1700° C și intermitente pînă la 1800° C. Cu ajutorul unui manșon de prindere (*5*) fixat de tubul ceramic (*1*) se cufundă în baia metalică cel de-al doilea electrod al pilei electrochimice (electrodul pozitiv) confecționat din Pt, W, Mo sau Fe (*6*). În experimentările efectuate s-a folosit electrodul de W.

Capătul electrodului negativ de W și capătul electrodului pozitiv al termoelementului Pt—Pt.Rh (firul de Pt) se conectează în același timp

la bornele unui voltmetru (*8*) cu impedanţă interioară mare ($10^3\ \Omega$) cu gradaţia scării cît mai exactă între 0—2,5 V.

Cu ajutorul voltmetrului (*8*) se determină f.e.m. generată de pila electrochimică, la cufundarea în baia metalică topită şi care este în funcţie de presiunea parţială a oxigenului din baie (p_{O_2}) respectiv de $a_{[O]}$.

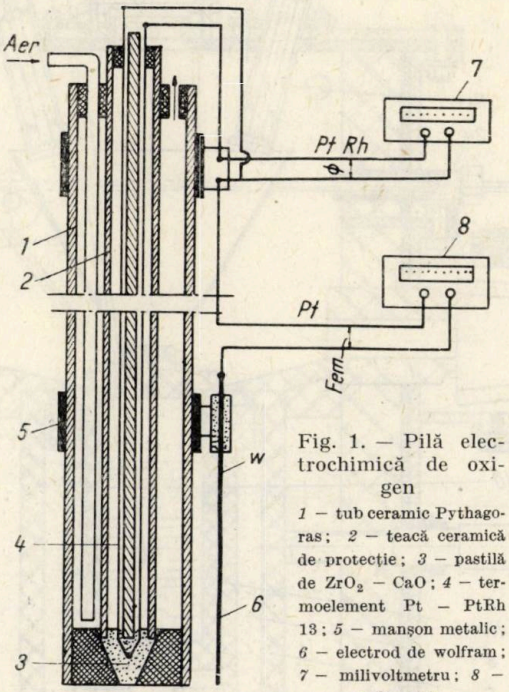


Fig. 1. — Pilă electrochimică de oxigen

1 — tub ceramic Pythagoras; *2* — teacă ceramică de protecţie; *3* — pastilă de ZrO_2 — CaO; *4* — termoelement Pt — PtRh 13; *5* — manşon metalic; *6* — electrod de wolfram; *7* — milivoltmetru; *8* — voltmetru.

Experimentările de laborator s-au efectuat pe aliaje lichide Fe—O, obţinute prin topirea de fier ARMCO şi oxidare în curent de oxigen tehnic.

Pentru topire s-a utilizat un cuptor electric cu rezistenţă de grafit, de construcţie originală (fig. 2) alcătuit în principal dintr-un creuzet refractar (de magnezită, sau alumină) introdus în interiorul unei rezistenţe de încălzire din grafit de formă specială alimentată prin intermediul unor bolţuri din alamă, răcite în interior cu apă, cu curent electric de la un transformator de sudură, alimentat la rîndul său în circuitul primar cu curent trifazat (380 V şi 190 A). Secundarul transformatorului asigură în rezistenţă un curent de 1 000 A la tensiunea de 60—70 V.

Ansamblul creuzet-rezistenţă este montat într-o carcasă din tablă de oţel şi izolată termic cu mai multe straturi din material refractar. Partea superioară a cuptorului este prevăzută cu o carcasă de vidare, care pe lîngă menţinerea vidului poate asigura la elaborarea sub vid alimentarea şi efectuarea de măsurători de temperatură şi de [% O] cu ajutorul pilei electrochimice citate mai sus, introdusă printr-un stuţ în baia metalică.

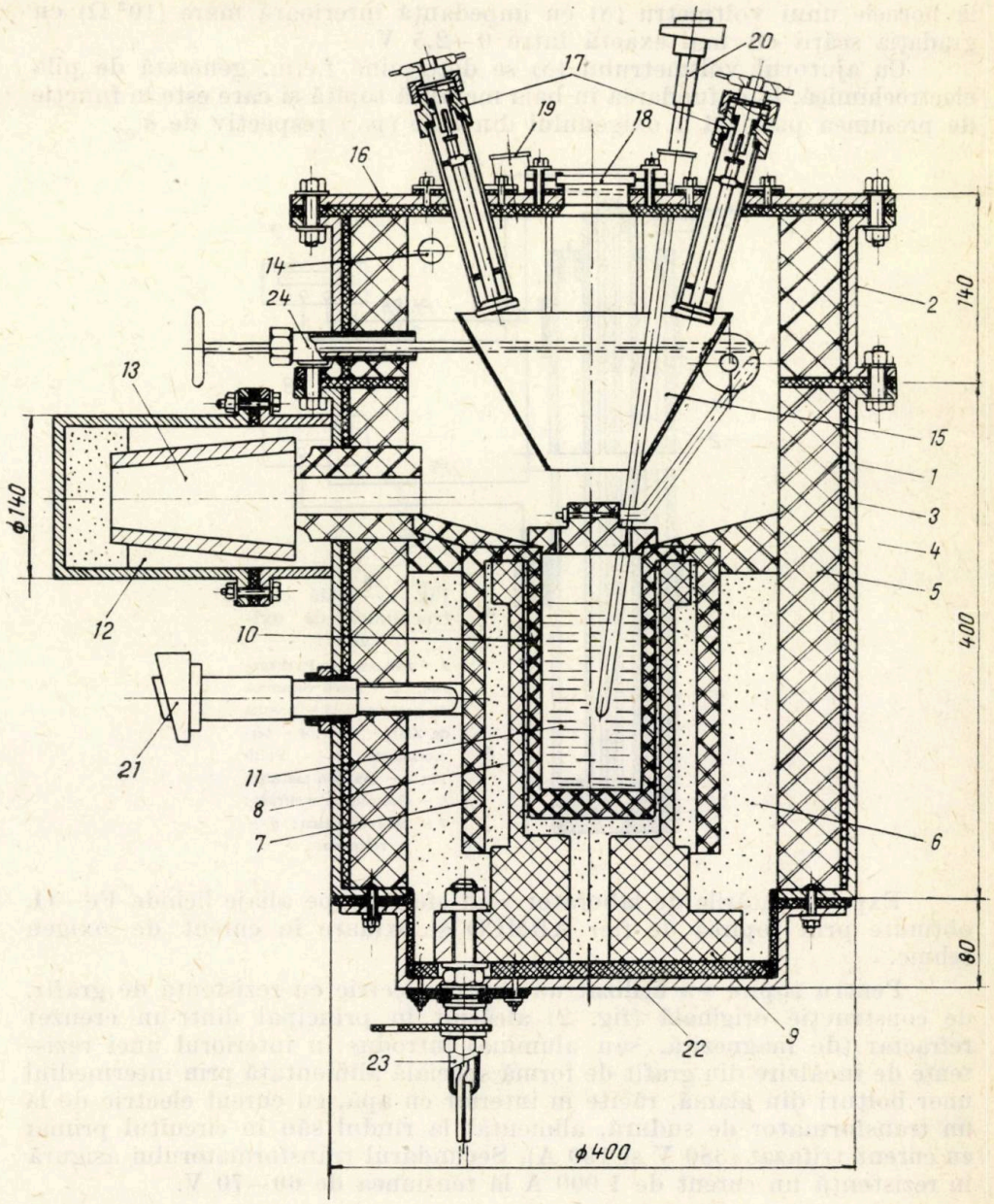


Fig. 2. — Cuptor cu rezistenţă de grafit (secţiune)

1 — corpul principal; *2* — corp de vidare; *3* — carcasă metalică; *4* — izolaţie de asbest; *5* — căptuşeală termoizolantă; *6* — umplutură de şamotă; *7* — ecran de şamotă; *8* — umplutură de magnezită sau de alumin; *9* — rezistenţă de grafit; *10* — creuzet refractar; *11* — baia metalică; *12* — carcasa de vidare pentru lingotieră; *13* — lingotieră; *14* — stuţ de vidare; *15* — pîlnie de încărcare; *16* — capac; *17* — dispozitiv de alimentare; *18* — vizor de cuarţ; *19* — racord pentru luat probe; *20* — termocuplu de imersie; *21* — termocuplu regulator; *22* — carcasă de sprijin; *23* — bolţ de contact din alamă, răcit cu apă; *24* — dispozitiv pentru manevrarea capacului de şamotă.

4. TEHNICA MĂSURĂTORII CU PILA ELECTROCHIMICĂ DE OXIGEN. DETERMINAREA $a_{(O)}$ ȘI [% O]

În vederea determinării, pila electrochimică se introduce în baia metalică topită, în care se menține circa 20 s (în cazul unor determinări periodice). La contactul cu baia metalică ia naștere o f.e.m. proporțională cu activitatea termodinamică a oxigenului din baia metalică topită. Deci $E = f(a_O)$ sau $E = f(p_{O_2})$. Neglijînd conductibilitatea electronică f.e.m. generată de pilă este dată de relația [12],

$$E = \frac{RT}{nF} \ln \frac{p'_{O_2}}{p_{O_2}} = \frac{2{,}303\, RT}{nF} = \log \frac{p'_{O_2}}{p_{O_2}} \tag{6}$$

în care:

E = f.e.m. în volți,
R = 1,9865 cal/mol °K = constanta universală a gazelor,
T — temperatura absolută, în °K,
n = 4 numărul de electroni eliberați,
F = 23 060 cal/V numărul lui Faraday,
p_{O_2} — presiunea parțială de echilibru a oxigenului în baia metalică, ata,
p'_{O_2} — presiunea parțială a oxigenului în gazul de referință (în aer $p'_{O_2} = 0{,}21$ ata).

— În aliajele feroase lichide, relația dintre f.e.m. generată de pilă în acord cu legea lui Nernst și activitatea termodinamică a oxigenului în soluție $a_{[O]}$ este de forma [12]:

$$E = \frac{RT}{4F}\left(\ln p'_{O_2} - \frac{2\Delta G^\circ}{RT} - 2 \ln a_{[O]} \right), \tag{7}$$

unde ΔG° este entalpia liberă standard de dizolvare a oxigenului în fierul lichid la temperatura T.

Pe baza ecuației

$$\frac{1}{2}\{O_2\} = [O]_{Fe}$$

se pot transcrie relațiile pentru mărimile termodinamice:

— energie liberă a lui Helmholtz (ΔF°) obținută pe baza relației lui J. Chipman [20],

$$\Delta F^\circ = -28\,000 - 0{,}69\, T, \tag{9}$$

— *entalpia liberă de dizolvare* (ΔG°) *a oxigenului în baia metalică topită, obținută pe baza relației din* [23]

$$\Delta G^\circ = -33\,060 + 2{,}0\, T. \tag{10}$$

Pe baza relației (10) pentru $T = 1873°$ K, rezultă

$$\Delta G° = -29\,316 \text{ cal/at.g.}$$

Gatellier (8) a găsit pentru $T = 1873°$ K, pe baza unor date experimentale valoarea $\Delta G° = -29\,380$ cal/at.g.

Din relația (9) se poate deduce $\ln a_{[O]}$.

Cunoscînd mărimea $a_{[O]}$ și pe baza coeficientului de activitate al oxigenului în baia metalică ($f_{[O]}$) se poate determina în continuare conținutul de oxigen al băii metalice, folosind relația

$$[\%\,O]_{Fe} = \frac{a_{[O]}}{f_{[O]}}. \tag{11}$$

Pentru determinarea $f_{[O]}$ trebuie să se țină cont însă de coeficienții de interacțiune ai lui Wagner, între oxigen și diverși componenți ai băii metalice.

În cazul în care în baia metalică se găsesc mai multe elemente însoțitoare (x, y, z, ...) fiecare influențează într-o anumită măsură valoarea $f_{[O]}$ putîndu-se stabili următoarea corelație:

$$\log f_{[O]} = [\%\,O]\, e_0^0 + [\%\,x]\, e_0^x + [\%\,y]\, e_0^y + \ldots \tag{12}$$

Tabela 1

Coeficienții de interacțiune $e_0^j \times 10^2$ între diversele elemente și oxigenul dizolvat în fierul lichid

Elementul dizolvat (1)	Coeficienții de interacțiune $e_0^j \times 10^2$	
	după Bodsworth [21]	după Elliott [20]
Al	−120	−94
Au	—	− 0,4
B	− 62	—
C	− 32	−13
Cb	—	−14
Co	+ 0,7	+ 0,7
Cr	− 5,2	− 4,1
Cu	− 1,0	− 0,9
Mn	0	0
Mo	—	+ 0,35
N	+ 5,7	+ 5,7
Nb	+ 1,4	—
Ni	+ 0,6	+ 0,6
O	—	−20,0
P	—	+ 7,0
Pt	—	+ 0,4
S	—	− 9,1
Si	−16,0	−14,0
Sn	—	0
Ti	−51,0	−19,0
V	−27,0	−27,0
W	—	+ 0,8

în care e_0^0, e_0^x, e_0^y sînt coeficienții de interacțiune ai lui Wagner ai oxigenului și ai elementelor x, y ... asupra $f_{[O]}$.

În tabela 1 sînt redate valorile coeficienților de interacțiune pentru diversele elemente și oxigenul, dizolvate în fierul lichid, după Bodsworth [21] și Elliott [20], pentru temperatura de 1600° C.

Valorile acestor coeficienți variază cu temperatura, ceea ce face necesară introducerea unor corecții în cazul cînd temperaturile diferă mult față de 1600° C. În figura 3 se prezintă variația $\log f_{[O]}$ în funcție de concentrația diferitelor elemente însoțitoare [% x].

Întrucît așa cum s-a indicat mai sus, la construcția pilei electrochimice de oxigen folosită în determinările experimentale, electrodul pozitiv, în contact cu baia este alcătuit dintr-un alt metal decît platina (în cazul de față din wolfram) este necesară aplicarea unei corecții corespunzătoare valorii f.e.m. E'' a termocuplului metal-platină, la f.e.m. E' măsurată între cei doi electrozi, adică

$$E = E' + E''. \qquad (13)$$

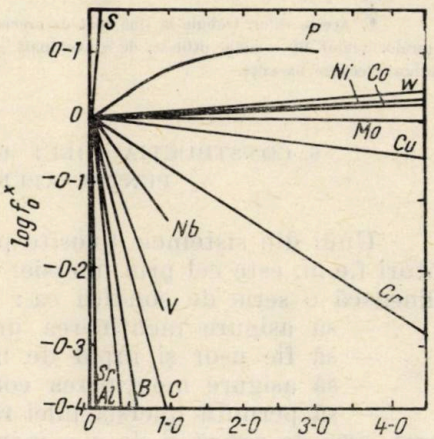


Fig. 3. — Influența elementelor însoțitoare asupra coeficientului de activitate a oxigenului în fierul lichid.

În cazul electrodului de wolfram pentru calculul corecției E'' se poate aplica relația (12)

$$E'' = -14{,}86 + 0{,}0429\ \theta \qquad (14)$$

care este o funcție de forma $E\,(\text{mV}) = f\,(\theta^\circ\,\text{C})$.

Din măsurătorile f.e.m. efectuate, cu pila electrochimică s-a găsit la 1600° C în Fe lichid, în cursul încercărilor de dezoxidare, valoarea $E'' = 54$ mV, ceea ce coincide exact cu valoarea găsită de Gatellier (12). Această valoare trebuie avută în vedere la etalonarea aparatului care lucrează cu termocuplul Pt—W.

5. INFLUENȚA PRECIZIEI MĂSURĂTORILOR ASUPRA DISPERSIEI PUNCTELOR EXPERIMENTALE

Dispersia punctelor în raport cu o dreaptă experimentală poate fi evaluată plecînd de la incertitudinea asupra determinării experimentale a valorilor diferiților termeni care intră în relația lui Nernst.

În tabela 2 se redă eroarea la determinarea $[\%\,O]_{Fe}$ cu ajutorul unei pile electrochimice, urmînd precizia cu care sînt cunoscute temperatura, presiunea parțială de referință (p'_{O_2}) și f.e.m. a pilei.

Tabela 2

Eroarea maximă $\Delta[\%O]$ la determinarea $[\%O]_{Fe}$ pentru $\Delta T = 5°$ și $\Delta E = 2$ mV*)

Mediu de referință	$[\%O] = 0{,}010$	$[\%O] = 0{,}020$	$[\%O] = 0{,}050$	$[\%O] = 0{,}100$
aer ($p'_{O_2} = 0{,}21$ at)	0,001 %	0,002 %	0,005 %	0,009 %

*) Aceste valori trebuie să țină cont de precizia aparatului de măsură de incertitudinea asupra valorii f.e.m. a termocuplului Pt – metal utilizat, de o eventuală conductibilitate electronică a ZrO_2, și de influența eventualelor tensiuni electrice parazite.

6. CONSTRUCȚIA PILEI ELECTROCHIMICE DE OXIGEN PENTRU APLICAȚII INDUSTRIALE

Unul din sistemele folosite pentru determinarea [% O] prin măsurători f.e.m. este cel prin imersie. Un astfel de dispozitiv trebuie să îndeplinească o serie de condiții ca:

— să asigure menținerea unei atmosfere de referință;

— să fie ușor și rapid de montat și de demontat;

— să asigure menținerea contactelor electrice în bune condițiuni;

— să permită imersia pilei rapid, în oțelul lichid chiar și printr-un strat gros de zgură și de a o menține aci un timp îndelungat;

— să asigure atingerea într-un timp cît mai scurt a echilibrului termic (25—30 s).

În figura 4 se redă schița pilei electrochimice pentru scopuri industriale, folosită pentru măsurători prin imersie.

Dispozitivul poate fi introdus prin ușile de deservire ale cuptorului sau prin boltă, asemănător cu regimul de lucru al termocuplelor de imersie.

Se remarcă construcția mai robustă a dispozitivului, termoelementul Pt—Pt .Rh 13 și electrodul de wolfram fiind protejate prin teci ceramice și tuburi de oțel refractar.

În extremitatea activă a dispozitivului se montează o bonetă din tablă din oțel, care protejează termocuplul la trecerea prin stratul de zgură.

Termoelementul Pt—Pt .Rh este introdus într-o pastilă de ZrO_2—CaO, la rîndul ei susținută de un manșon de mulit.

7. MĂSURĂTORI CONTINUE ȘI DE DURATĂ ALE [%O] CU AJUTORUL PILELOR ELECTROCHIMICE

În figura 5 se prezintă un montaj folosit pentru măsurători f.e.m. la cuptorul electric cu rezistență de grafit, descris mai sus, folosit pentru încercări de laborator.

În acest montaj pe fundul creuzetului (*2*) se introduce un manșon de mulit (*3*) în care se fixează pastila de ZrO_2 (*4*). În interiorul pastilei se găsește termocuplul Pt—Pt .Rh 13, ale căror capete sînt conectate la milivoltmetrul (*9*) pentru măsurarea temperaturii. Firul de Pt al termocuplului împreună cu conductorul legat de electrodul de W care se intro-

duce direct în baia topită se conectează la un voltmetru pentru înregistrarea f.e.m.

Temperatura băii metalice se controlează periodic cu termocuple de imersie Pt.Rh 30%—Pt.Rh 6%, etalonate pentru măsurători pînă la 1800°C.

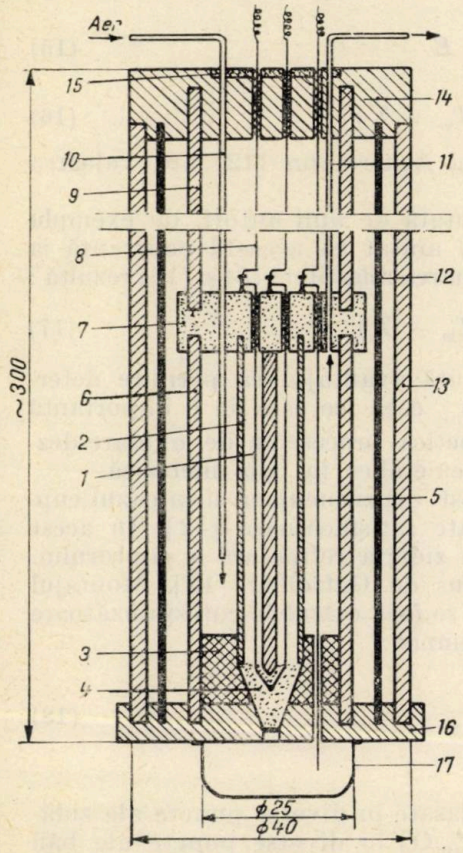


Fig. 4. — Pilă electrochimică de oxigen cu aplicații în industrie:

1 — termocuplu Pt—Pt.Rh; *2* — teacă ceramică de protecție; *3* — manșon de mulit; *4* — pastilă de ZrO_2; *5* — electrod de wolfram; *6* — tub ceramic Pythagoras; *7* — racord de mulit; *8* — conductor din cupru; *9* — tub de șamotă; *10* — țeavă pentru admisia aerului; *11* — țeavă pentru evacuarea aerului; *12* — țeavă din oțel refractar; *13* — tub de șamotă exterior; *14* — cap superior metalic; *15* — etanșare cu mulit; *16* — capac inferior din otoment; *17* — bonetă din tablă de oțel.

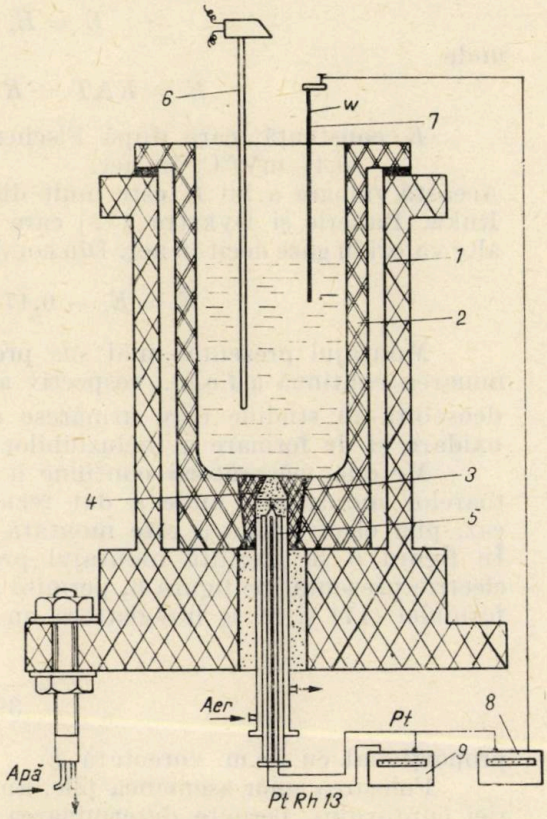


Fig. 5. — Schema dispozitivului pentru măsurători f.e.m. continue (instalație de laborator)

1 — rezistență de grafit; *2* — creuzet din magnezită; *3* — manșon din mulit; *4* — pastilă din ZrO_2; *5* — termocuplu Pt—PtRh 13; *6* — termoelement PtRh 30 — PtRh 6; *7* — electrod din wolfram; *8* — voltmetru; *9* — milivoltmetru.

Întrucît poziția pilei într-un perete refractar implică ca acesta să funcționeze într-un gradient termic chiar dacă căptușeala a atins un regim termic permanent, este necesar să se efectueze asupra f.e.m. brute

E_b a pilei o corecție, care constă în a scădea o f.e.m. E de proveniență pur termoelectrică, proporțională cu abaterea de temperatură ΔT, care există între cei doi electrozi.

Datorită montajului, electrodul de W care se află în contact direct cu baia metalică este la temperatura băii (T_m) în timp ce firul de Pt se găsește la o temperatură mai mică (T_i).

Ca atare f.e.m. reală E va fi

$$E = E_b - E \tag{15}$$

unde

$$E = K\Delta T = K\,(T_m - T_i)\,; \tag{16}$$

K constantă, care după Fischer și Ackermann [12] are valoarea 0,47 mV/°C, în aer.

Această valoare a lui K este mult discutată de unii autori, de exemplu Ruka, Bauerle și Dykstra [12] care au arătat că această constantă ia alte valori în gaze decît în aer. Din combinarea relațiilor (15) și (16) rezultă :

$$E = E_b - 0{,}47\,(T_m - T_i). \tag{17}$$

Montajul prezentat mai sus prezintă avantajul că permite determinarea continuă a f.e.m., respectiv a $a_{[O]}$ ceea ce este de o importanță deosebită în studiile care urmăresc cinetica proceselor de oxidare-dezoxidare și de formare a incluziunilor nemetalice în baia metalică.

Metoda măsurătorii continue a fost experimentată și în cazul cuptoarelor industriale, unde a dat rezultate satisfăcătoare [12]. În acest caz, pila electrochimică este montată în zidăria refractară a cuptorului. În figura 6 se prezintă montajul propus de Gattellier [12]. Montajul electric prezentat pe figura 6, permite să se facă calculele corespunzătoare formulei (17) și să se înregistreze un semnal :

$$e = \frac{E}{39{,}45} \tag{18}$$

proporțional cu f.e.m. corectată E.

Folosirea unor asemenea pile, amplasate în diverse puncte ale zidăriei cuptorului, permite determinarea [% O] în diverse puncte ale băii și studierea proceselor de difuziune între baia metalică și zgură.

8. APLICAȚII ALE PILELOR ELECTROCHIMICE DE OXIGEN

Pila electrochimică pentru măsurători f.e.m. în baia metalică are numeroase aplicații în activitatea de cercetare și în practica uzinală din care menționăm :

a) Determinarea entalpiei libere de dizolvare a oxigenului în fierul lichid sau în băile de oțel

Din experimentările efectuate pe băi de fier Gatellier [12] a determinat entalpia liberă de dizolvare a oxigenului în fierul lichid la 1600° C,

găsind o valoare foarte apropiată de aceea obţinută prin calcul cu ajutorul relaţiei :

$$\Delta G^\circ = -33\,060 + 2{,}0\,T,$$

care este

$$\Delta G^\circ = -29\,380 \text{ cal/at .g.}$$

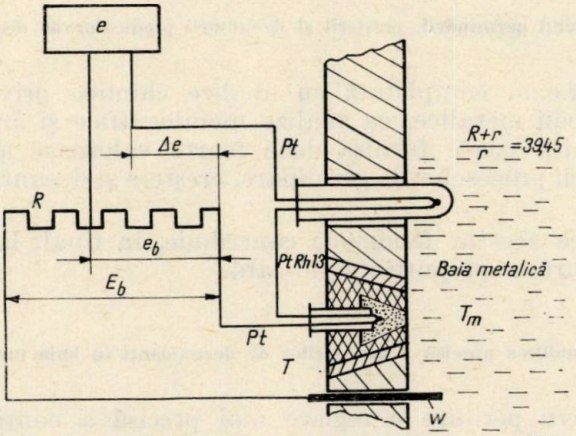


Fig. 6. — Schema pilei electrochimice pentru măsurători f.e.m. continue, cu aplicaţii industriale.

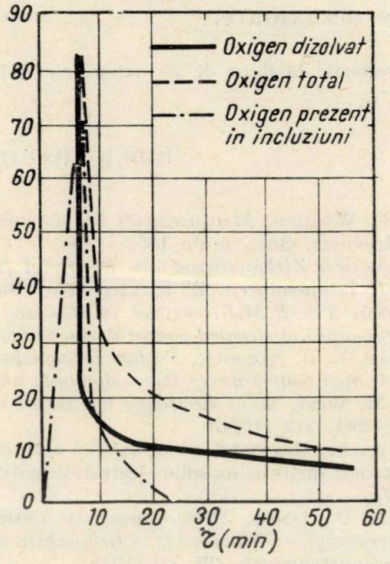


Fig. 7. — Curba $[\%O] \times 10^{-3} = f(\tau)$ la dezoxidarea cu siliciu.

b) **Studiul cinetic al proceselor de oxidare şi dezoxidare al băii metalice**

S-a urmărit cu ajutorul pilei electrochimice variaţia [% O] în băile de fier lichid la diverse temperaturi, în urma dezoxidării cu diverşi dezoxidanţi.

Metoda prezintă avantajul că se poate înregistra variaţia continuă a [% O] direct în baia metalică, ceea ce permite să se tragă concluzii

asupra cineticii proceselor de dezoxidare. Datele obținute pot fi înregistrate grafic sub forma unor curbe [% O] = (timp).

În figura 7 se prezintă o asemenea curbă la dezoxidarea băii de fier cu siliciu. Din analiza curbelor s-a putut constata că cea mai mare parte a [O] este fixată în mai puțin de 10—15 s de la adaosul de dezoxidant.

c) **Studiul germinării, creșterii și decantării produșilor de dezoxidare**

Metoda f.e.m. completată cu analize chimice privind compoziția elementară a băii metalice, cu analize metalografice și analize cu microsonda electronică poate furniza date foarte valoroase asupra mecanismului și cineticii proceselor de germinare, creștere și decantare a produșilor de dezoxidare.

Elucidarea acestor fenomene contribuie, în final, la îmbunătățirea elaborării oțelurilor cu puritate ridicată.

d) **Stabilirea precisă a adaosurilor de dezoxidanți în baia metalică**

Acest lucru permite o reglare mai precisă a conținutului de incluziuni nemetalice și realizarea de economii la consumul de feroaliaje și elemente de dezoxidare.

Primit la redacție la data de 23 octombrie 1970

BIBLIOGRAFIE

1. K. Kiukola, C. Wagner, *Measurements on galvanic cells involving solid electrolytes.* J. of Electrochem. Soc., iunie 1957, 380.
2. H. Schmalzried, *Ober Zirkondioxyd als Elektrolyt für elektrochemische Untersuchungen bei höhern Temperaturen.* Z. Elektrochem., **66**, 572, (1962).
3. H. Schmalzried, *The E.M.F. method in studying thermodynamic and kinetic properties of compounds at elevated temperatures Thermodynamics,* Proc. Symp. Vienne, 1965.
4. B. C. H. Steele, C. B. Alcoock, *Factors influencing the performance of solid oxide electrolyts in high temperatures thermodynamic measurements.* Trans. AIME, **233** (1965).
5. R. Raker, J. M. West, *Solid electrolyts for use at steelmaking temperatures.* J. Iron, Steel Inst., **204**, 212 (1966).
6. K. Schwerdtferger, Measurement of oxygen activity in iron, silicon, manganese and iron-manganese melts using solid electrolyte galvanic cells. Trans. AIME, **239**, 1276 (1967).
7. W. A. Fischer, D. Janke, *Elektrochemische Bestimmung der Sauerstoffpartialdrücke in Wasserdampf — Wasserstoff — Gemischen und Sauerstoffhaltigen Eisenschmelzen.* Eisenschüttenwesen, **39**, 69 (1968).
8. C. Gatellier, M. Olette, *Détermination de l'enthalpie libre de dissolution de l'oxygene dans le fer liquide à 1600° C à l'aide d'une cellule électrochimique à électrolyte solide.* C.N.A.S., **266**, 113 (1968).
9. T. P. Florids, J. Chipman, *Activity of oxygen in liquid iron alloys.* Trans. AIME, **212**, 549 (1958).
10. E. S. Tankins, N. A. Gokcen, C. H. Belton, *The activity and solubility of oxygen in liquid iron, nickel and cobalt.* Trans. AIME, **230**, 820 (1964).
11. S. Matoba, T. Kawaba, *Activity of oxygen in liquid steel.* Tetsu — to — Hagane, overseas, **5**, 187 (1965).

12. C. GATELLIER, K. TORSSELL, M. OLETTE, *Détermination à l'aide de piles électrochimiques de l'oxygène dissous dans le fer et l'acier liquides*. Revue de Metallurgie, **66**, *10*, 673—695 (1969).
13. C. GATELLIER, K. TORSSELL, M. OLETTE, *Application de mesures de f.e.m. à l'étude cinétique de la désoxadation du fer liquide*. C.R.A.S., **266**, 1953 (1968).
14. J. CHIPMAN, *Physical chemistry of liquid steel*. Basic open hearth steelmaking 3e éd. (1964).
15. G. E. FITTERER, *Progress in the development of a device for the direct determination of oxygen in liquid steel*. J. of Metals, **18**, *8*, 951 (1966).
16. J. K. PARGETER, *A method for direct oxygen determination in molten metals*. Journal, of Metals, **20**, *4*, 10, 27 (1968).
17. J. K. PARGETER, D. K. FOURSCHOU, *Direct oxygen determination in commercial steelmaking practice*. Journal of Metals, **21**, *9*, 46 (1969).
18. V. P. LUZIN, A. F. MIȘKAREV, V. I. JAVOISKI, *Détermination de l'oxygène dans le métal liquide*. Brevet soviétique, *175986* (1964).
19. F. F. MAZUROV, *Measurement of the oxygen concentration of metal in an arc furnace by the E.M.F. method*. Zavod, Lab., **33**, 982 (1967).
20. J. F. ELLIOTT, M. GLEISER, V. RAJAHRISHAN, *Thermochemistry for steelmaking*, II, Addison — Wesley Publishing Company, Inc. Pergamon Press, 1963.
21. C. BODSWORTH, *Physical Chemistry of Iron and Steel Manufacture*. London, Longmans, 1963, p. 363—422, 445—460.
22. A. RĂU, *Elaborarea oțelurilor*, București, Ed. tehnică, 1963.
23. I. TRIPȘA, O. FLOREA, I. DRAGOMIR, *Bazele teoretice ale metalurgiei extractive*. București, Ed. tehnică, 1967.

CONDIȚIILE DE SOLICITARE DIN CORPUL DINAMOMETRELOR INELARE

MIRCEA RAȚIU, NICOLAIE FÎNTÎNARU, SILVIU TÎRNEA
Centrul de sudură Timișoara
Institutul de metrologie, Laboratorul Timișoara

În baza unei analize teoretice a solicitărilor din inelele dinamometrice se diferențiază influența configurației geometrice în ansamblu a corpului asupra stării de tensiune provocată, definită univoc prin valorile raportate : suplețea și svelțetea pereților. Solicitările se mențin într-un singur plan la pereții svelți cu încărcare repartizată cvasiuniform pe întreaga lățime, iar tensiunile din secțiunile transversale variază liniar, la pereți subțiri, respectiv hiperbolic, la pereți groși. Formulele de calcul a tensiunilor și deformațiilor, stabilite teoretic pentru diverse ipoteze simplificatorii a variației profilului inelului, sînt confruntate cu rezultatele unor ample investigații extensometrice executate cu trei dinamometre sub acțiunea unor încărcări singulare și repetate. Se evidențiază limitele de reproductibilitate elastică a deformațiilor în situația specifică a inelelor în prezența efectului de sprijinire dintre straturi și a concentratorilor de tensiune.

Exigențele mereu crescînde ale tehnicii măsurării forțelor, manifestate în munca de cercetare și în activitatea industrială curentă reclamă imperios reconsiderarea practicii actuale de dimensionare a corpului elastic — traductorul extensiometric — al dinamometrelor spre a se putea atinge precizii înalte în reproducerea constantă în timp a deformărilor provocate de sarcini cu un spectru cît mai larg de variație. În principiu, proiectarea contemporană este chemată să optimalizeze alegerea materialului și a formei corpului dinamometric pentru ca să se obțină deformații maxime în prezența unor tensiuni la frontiera domeniului elastic. Evident o asemenea optimalizare nu mai este accesibilă dimensionării formale actuale, bazată exclusiv pe adoptiunea principiilor generale aplicate în construcția de mașini [2], [7], [9], ci se impune introducerea unor criterii specifice concludente pentru conjuncțiile tensiune-deformație produse în corpul traductoarelor dinamometrice de solicitările regimului de încărcări ciclice, cu sau fără pauze intercalate, care intervin efectiv în operațiile de măsurare [10].

Stabilirea acestor criterii de dimensionare pentru traductoarele extenso-dinamometrice (TED) constituie în ultimii ani obiectul preocupărilor a numeroase unități de cercetare. În lucrările publicate se evidențiază în primul rînd ponderea aproximărilor acceptate la evaluarea

teoretică a deformațiilor diverselor tipuri de corpuri elastice [1], [5], [10]. Totodată se prezintă determinări experimentale la o serie de noi caracteristici mecanice, definitorii pentru comportarea elastică a oțelurilor, la încărcări singulare și repetate [3], [4], [10].

În această acțiune de largă audiență internațională se înscriu investigațiile originale întreprinse la laboratorul din Timișoara a Institutului de metrologie asupra comportării elastice a corpului inelar lat folosit frecvent la dinamometrele de laborator. Rezultatele acestor cercetări, coroborate de ample determinări extensiometrice, se expun în cadrul acestei lucrări.

1. ANALIZA SOLICITĂRILOR CORPURILOR INELARE

În construcția actuală de dinamometre se folosesc două categorii de corpuri elastice : bare drepte și inele, diferențiate principial prin starea de solicitare existentă în cursul măsurării.

La barele drepte, cu secțiune plină sau cu goluri, intervin numai solicitări axiale : întindere sau comprimare, cu distribuție mai mult sau mai puțin uniformă a tensiunilor. Construcția se pretează unei exploatări integrale a capacității de deformare elastică a materialului în schimb deformările axiale : lungirile respectiv scurtările, apar relativ mici chiar și la atingerea limitei de elasticitate (la oțelurile arc tratate termic pînă la cel mult 5μm/mm). Măsurarea unor deformații atît de reduse reclamă extensometre speciale și precauțiuni deosebite de manipulare, prejudicindu-se astfel implicit domeniul de utilizare [2], [7], [9].

Amplificarea mărimii decelate la aplicarea sarcinii se obține prin introducerea corpurilor inelare, urmărindu-se de astă dată deplasările fibrelor elastice în plan transversal sub o solicitare de încovoiere : săgețile. Starea de tensiune este eterogenă, cu o variație atît în lungul conturului cît și în secțiune, împiedecînd o dimensionare la limita capacității de deformare elastică a materialului. Chiar dacă intervine o asemenea supradimensionare, implicație inerentă a restrîngerii tensiunilor maxime doar din cîteva puncte de pe contur sub limita de elasticitate, totuși prin latitudinea alegerii formei și dimensiunilor inelului se majorează săgeata de 10...100 ori față de alungirile maxime obtenabile la barele drepte ; la construcțiile actuale apar săgeți de 1...10 mm, respectiv lungiri de 0,01...0,1 mm.

În practică se adoptă diverse forme de inele dintre care se tratează cazul uzual al inelului oval, compus din două semicercuri legate cu punți drepte (fig. 1). Condițiile de solicitare se diferențiază teoretic în funcție de :

— supleța pereților, raportul dintre grosimea pereților și raza de curbură (h/R),

— zvelteța profilului, raportul dintre diametrul suprafeței de încărcare și lățimea pereților (d/b).

Supleța pereților definește variația tensiunilor în secțiunile transversale : liniară, la pereți subțiri cu $h_1 < 0{,}2\ R$, și hiperbolică, la pereți groși cu $h_1 \geqslant 0{,}2\ R$. Influența curburii inițiale a conturului se manifestă prin creșterea tensiunii din fibrele dispuse în zona interioară a concavității ; se înregistrează majorări de peste 5% la toate barele curbe cu

pereți groși ($h_1 \geqslant 0{,}2\ R$) cu secțiune transversală dreptunghiulară, patrată, circulară și eliptică.

Zvelțețea profilului definește comportarea structurii de rezistență în preluarea încărcării. Se manifestă o solicitare exclusivă în planul forței la profilele zvelte, cu sarcina aplicată cvasiuniform pe întreaga lățime. O dată cu extinderea profilului în afara ariei de încărcare intervine o

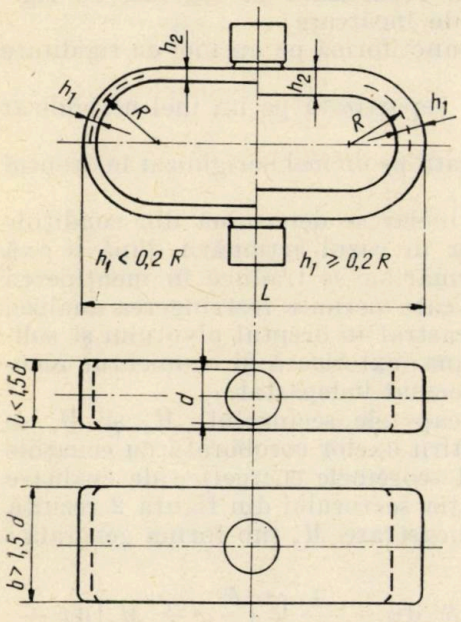


Fig. 1. — Corpuri de dinamometre inelare/pereții : subțiri $h_1 < 0{,}2$ R ; groși $h_1 \geqslant 0{,}2$ R ; profilul : zvelt $b < 1{,}5\ d$; lat $b \geqslant 1{,}5\ d$.

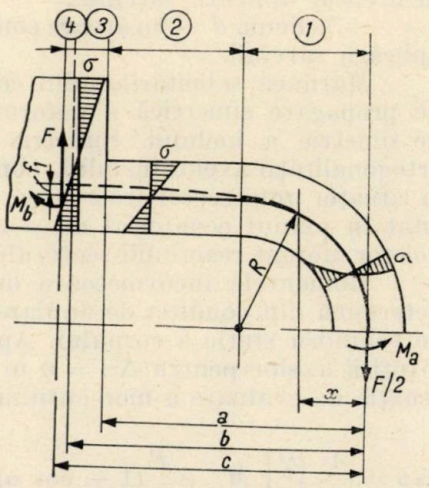


Fig. 2. — Schemă pentru evaluarea solicitărilor din corpul dinamometrelor inelare late.

încovoiere suplimentară transversală. Astfel, corpul dinamometrului se tratează ca o bară curbă pentru $b < 1{,}5\ d$ sau ca o placă având capetele încastrate dacă se depășește lățimea portantă limită $b = 1{,}5\ d$ [1].

Tensiunile și deformațiile aferente din corpul dinamometric se evaluează pe baza formulelor cunoscute din rezistența materialelor ținînd seama de forma inelului și de conjuncția specifică a dimensiunilor. O determinare teoretică riguroasă a solicitărilor fiecărui dinamometru în parte este practic inaccesibilă întrucît corpul elastic prezintă o configurație foarte complicată, care necesită o analiză diferențiată pentru fiecare zonă de o anumită structură geometrică : secțiune, profil, contur. Pe lîngă influența rigidității diferențiate mai intervine și influența ariei de aplicare a sarcinii, definită prin dimensiunile din planul longitudinal și transversal al corpului dinamometric. Pentru relevarea ponderii influenței factorilor menționați : variația dimensiunilor și a ariei de aplicare a sarcinii se prezintă o dezvoltare a formulelor pentru calculul momentelor încovoietoare maxime de pe contur M_a și M_b (fig. 2) în diversele configurații geometrice. În primul rînd se disting în corpul inelar pentru

zone cu secțiuni diferite : zona curbă 1, puntea dreaptă 2, pivotul plin 3 și pivotul găurit 4, pentru că apoi să se recurgă la neglijarea majorării rigidității prin prezența pivotului. Aplicarea sarcinii este acceptată atît uniform repartizată pe suprafața pivotului cît și concentrată în axa dinamometrului. Astfel, rezultă patru cazuri distincte pentru schemele de încărcare, ilustrate în tabela 1 :

— schema *a* — încărcare uniform repartizată pe un inel cu rigiditate majorată în dreptul suprafeței de încărcare ;

— schema *b* — încărcare axială punctiformă pe un inel cu rigiditate majorată în dreptul încărcării ;

— schema *c* — încărcare uniform repartizată pe un inel nerigidizat în dreptul aplicării sarcinii ;

— schema *d* — încărcare concentrată pe un inel nerigidizat în dreptul aplicării sarcinii.

Mărimea solicitărilor din corpul inelar se determină din condițiile de propagare simetrică a deformațiilor în cazul acționării după o axă de simetrie a inelului. Simetria deformărilor se traduce în menținerea ortogonalității axelor inelului, condiție care permite restrîngerea analizei la situația unui sector izolat (fig. 2) încastrat în dreptul pivotului și solicitat în planul ecuatorial de semisarcina exterioară și momentul încovoietor aferent reacțiunii sectorului învecinat îndepărtat.

Momentele încovoietoare de la capetele sectorului M_a și M_b se determină din condiția de anulare a rotirii axelor coroborată cu ecuațiile de echilibru static a corpului. Aplicînd teoremele energetice de evaluare a rotirii axelor pentru $\Delta\varphi = 0$ în situația sectorului din figura 2 rezultă ecuația de evaluare a momentului de incastrare M_a sub forma generală :

$$\Delta\varphi = \frac{1}{EI_1}\int_0^{\frac{\pi}{2}}\left[M_a + \frac{F}{2}(1-\cos\varphi)\,R_0\right]R_0\,\mathrm{d}\varphi + \frac{1}{EI_2}\int_{R_0}^{a}\left(\frac{F}{2}x + M_a\right)\mathrm{d}x +$$

$$+\frac{1}{EI_3}\int_a^b\left\{M_a + \frac{F}{2}\left[x - \frac{d}{2\,(d^2-d_1^2)}(x^2 - 2\,ax + a^2)\right]\right\}\mathrm{d}x +$$

$$+\frac{1}{EI_4}\int_b^c\left\{M_a + \frac{F}{2}\left[x\left(1+\frac{b-d}{d+d_1}\right) - \frac{1}{2\,(d+d_1)}x^2 + \right.\right.$$

$$\left.\left. + \frac{2ad + d\,(d-d_1) - b^2}{2\,(d+d_1)}\right]\right\}\mathrm{d}x = 0\cdot$$

Notațiile din ecuație corespund cu figura 2.

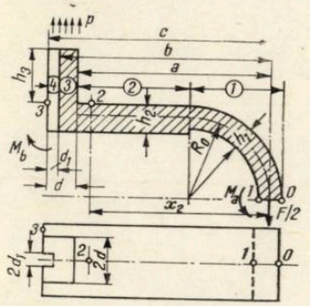
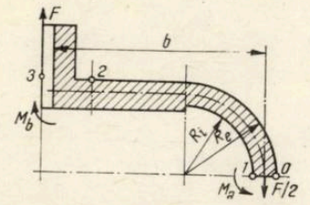
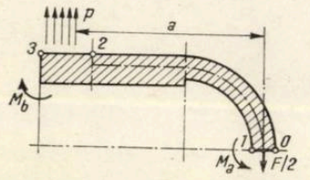
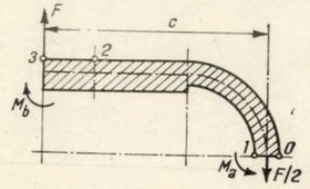
Pentru simplificarea transcrierii ecuației anterioare s-au afectat o serie de amendamente la încadrarea profilului efectiv al inelului și anume :

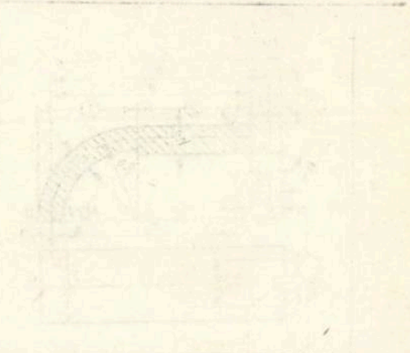
— se consideră că arcele de racordare de la cele două capete ale dinamometrului sînt semicercuri (în realitate doar pentru raza exterioară a porțiunii curbate ipoteza făcută este valabilă) ;

— se admite că raza interioară și exterioară a porțiunii curbate sînt concentrice și deci că grosimea porțiunii curbate este constantă (în realitate există o mică excentricitate între cele două raze de racordare) ;

Tabela 1

Formule de evaluarea solicitărilor în dinamometre ovale late cu pereţi groşi

Scheme de încărcare	Momente încovoietoare maxime	Condiţii de solicitare
a 	$M_a = \dfrac{F}{4}\dfrac{\dfrac{R_0^2}{I_1}(\pi-2)+\dfrac{a^2-R_0^2}{I_2}+\dfrac{b-a}{I_3}\left[b+a-\dfrac{d(a-b)^2}{3(d^2-d_1^2)}\right]+\dfrac{c-b}{I_4}\left[\dfrac{3d_1(b+c)-(c-b)^2+3d(a+b)}{3(d+d_1)}\right]}{\dfrac{\pi R_0}{2I_1}+\dfrac{a-R_0}{I_2}+\dfrac{b-a}{I_3}+\dfrac{c-b}{I_4}}$ $M_b = -M_a + \dfrac{F}{4(d+d_1)}[c^2+d(a+b)-b^2]$	$p = \dfrac{F}{4(d^2-d_1^2)}$ $M_2 = -M_a + \dfrac{F}{2}x_2$ $r = \dfrac{h_1}{\ln\dfrac{R_e}{R_i}}$
b 	$M_a = \dfrac{F}{4}\dfrac{\dfrac{R_0^2}{I_1}(\pi-2)+\dfrac{a^2-R_0^2}{I_2}+\dfrac{b^2-a^2}{I_3}+\dfrac{c^2-b^2}{I_4}}{\dfrac{\pi R_0}{2I_1}+\dfrac{a-R_0}{I_2}+\dfrac{b-a}{I_3}+\dfrac{c-b}{I_4}}$ $M_b = -M_a + \dfrac{F}{2}C$	A_i = Aria secţiunilor transversale I_i — Momentul de inerţie axial central y_{0i} = Cota fibrei extreme faţă de centrul de greutate $i = 1;\ 2;\ 3;\ 4$ — zona considerată $\sigma_0 = -\dfrac{M_a(R_e-r)}{A_1R_e(R_0-r)}+\dfrac{F}{2A_1}$
c 	$M_a = \dfrac{F}{4}\dfrac{\dfrac{R_0^2}{I_1}(\pi-2)+\dfrac{b^2-R_0^2}{I_2}+\dfrac{-d(b-a)^3+(b-a)(c-b)[3d_1(b+c)-(c-b)^2+3d(a+b)]}{3(d^2-d_1^2)I_2}}{\dfrac{\pi R_0}{2I_1}+\dfrac{c-R_0}{I_2}}$ $M_b = -M_a + \dfrac{F}{4(d+d_1)}[c^2+d(a+b)-b^2]$	$\sigma_1 = \dfrac{M_a(r-R_1)}{A_1R_i(R_0-r)}+\dfrac{F}{2A_1}$ $\sigma_2 = \sqrt{\left(\dfrac{M_2h_2}{2I_2}\right)^2+3\left(\dfrac{F}{2A_1}\right)^2}$
d 	$M_a = \dfrac{F}{4}\dfrac{\dfrac{R_0^2}{I_1}(\pi-2)+\dfrac{c^2-R_0^2}{I_2}}{\dfrac{\pi R_0}{2F_1}+\dfrac{c-R_0}{I_2}}$; $M_b = -M_a+\dfrac{F}{2}c$ $f = \dfrac{\pi FR_0}{16A_1}\left(\dfrac{1}{E}+\dfrac{3}{2G}\right)+\dfrac{3F(c-R_0)}{8GA_2}+\dfrac{FR_0^3}{16EI_1}(3\pi-8)-\dfrac{M_aR_0}{2EI_1F}[FR_0(\pi-2)-\pi M_a]+\dfrac{F(c^3-R_0^3)}{12EI_2}+$ $+\dfrac{M_a(c-R_0)}{2EI_2F}[2M_a-F(c+R_0)]$; $f_t = 4f$	$\sigma_3 = \sqrt{\left(\dfrac{\dfrac{M_b}{I_4}}{h_2-y_{04}}\right)^2+3\left(\dfrac{F}{2A_4}\right)^2}$



— se admite că pivotul și orificiul practicat în el au o formă paralelipipedică, avînd una din laturi paralelă cu planul longitudinal de simetrie al elementului elastic (în realitate pivotul și orificiul practicat au forme cilindrice). Simplificările introduse sînt practic inoperante pentru valoarea solicitărilor.

Expresiile momentelor încovoietoare stabilite la toate cele patru scheme de încărcare analizate sînt centralizate în tabela 1. În această

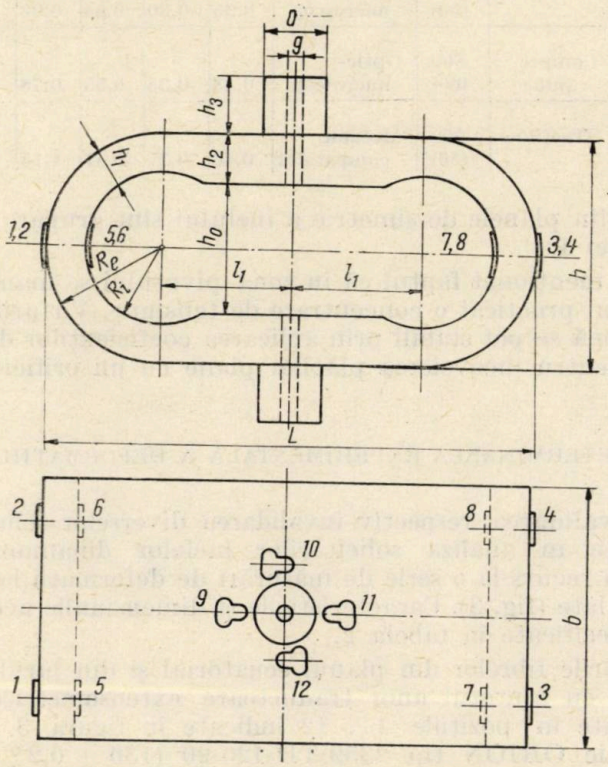


Fig. 3. — Dinamometrele inelare late examinate (cote și amplasare TER).

tabelă, pentru ultima schemă de încărcare — neglijînd rigidizarea prin pivot și acceptînd aplicarea punctiformă a sarcinii — se indică și expresia săgeții f.

Odată cunoscute valorile solicitărilor maxime din dreptul pivotului și din planul ecuatorial se poate trece la evaluarea tensiunilor din fibrele extreme, pentru a se confrunta încadrarea acestora sub limita de elasticitate a materialului, condiția de bază a dimensionării corpului dinamometric. Tensiunile se calculează ținînd seama de variația din secțiunea transversală a zonei analizate. Astfel, în porțiunea curbă se înregistrează o majorare sensibilă a tensiunii din fibra interioară prin aplicarea factorului de formă aferent variației hiperbolice specifice configurației inelelor cu pereți groși. Formulele pentru calculul tensiunilor în fibrele interioare

Tabe

Dinamometrele ovale

Nr. crt.	Seria	Încărcarea		Extensometrul	Compoziția chimică %						
		Tipul	kN (Mgf)		C	Si	Mn	Cr	Ni	P	S
1.	MBO 1101	Tracțiune	500 (50)	Optic-microscop	0,35	0,30	0,64	0,93	2,6	0,02	0,02
2.	MBO 1042	Compresiune	600 (60)	Optic-microscop	0,48	0,35	0,55	0,78	3,2	0,02	0,01
3.	M 6070	Tracțiune	500 (50)	Mecanic-comparator	0,46	0,27	0,41	1,15	3,6	0,03	0,02

și exterioare din planele de simetrie a inelului sînt grupate în ultima coloană a tabelei 1.

Este de menționat faptul că în zona pivotului se manifestă pe conturul orificiului practicat o concentrare de tensiune. Vîrfurile de tensiune din această zonă se pot stabili prin aplicarea coeficienților de concentrare determinați pentru încovoierea plăcilor plane cu un orificiu central [8].

2. DETERMINAREA EXPERIMENTALĂ A DEFORMAȚIILOR

Pentru validarea, respectiv invalidarea diverselor scheme de încărcare acceptate în analiza solicitărilor inelelor dinamometrice — vezi tabela 1 — s-a recurs la o serie de măsurări de deformații la trei dinamometre inelare late (fig. 3). Caracteristicile și dimensiunile acestor dinamometre sînt specificate în tabela 2.

Deformările fibrelor din planul ecuatorial și din jurul pivotului au fost urmărite cu ajutorul unor traductoare extensometrice rezistive — TER — aplicate în pozițiile 1...12 indicate în figura 3. S-au utilizat TER fabricație ORION tip 2359/TH-120-20 ($130 \pm 0{,}2\,\%$, $k = 2{,}37 \pm \pm 2\,\%$; $20 \times 3{,}5$ mm) și adeziv EMG 2359-14 TH. Măsurarea s-a efectuat cu o punte extensometrică ORION tip EMG-2353, cu valoarea diviziunii 10 μm/m (0,01 ‰) și un comutator tip R2-004.

Deformația transversală, săgeata a fost măsurată cu extensometrul propriu al dinamometrului respectiv. Dinamometrele MBO 1101 și MBO 1042 au fost prevăzute cu microscoape cu spirală Abbé (fig. 4), săgeata fiind măsurată direct din vizarea deplasării relative ale celor două punți ale inelului; pe o punte a fost montat microscopul iar în axa celeilalte punți s-a fixat o scară gradată. Dinamometrul M 6070 a fost echipat cu un extensometru cu comparator cu cadran 1/100 mm antrenat de un dispozitiv cu pîrghie de amplificare 1 : 5.

Rezultatele tuturor măsurărilor sînt indicate în tabela 3. În aceeași tabelă sînt centralizate și valorile tensiunilor și deformațiilor calculate, pentru inelele dinamometrice respective, cu formulele din tabela 1 în diversele cazuri de scheme de încărcare.

la 2

late examinate

Duritatea HV 30	Dimensiunile mm — fig. 2										
	k_1	R_e	R_i	h_0	h_2	h_3	b	d	g	L	h
510 530	82,5	62,5	37,5	63,0	31,0	57,0	145	44,0	14,0	290	125
490 500	86	69	43	70	34	37	155	46	14	310	138
540 545	58,8	71,2	40,0	65,2	38,6	57,2	130	42,8	14,2	260	142,4

În figura 5 se prezintă o confruntare între valorile tensiunilor stabilite teoretic și extensometric (pentru $E = 21\,000$ hbar) la dinamometrul M 6070. Tensiunile determinate pe contur, cu excepția zonei 3, se încadrează între valorile calculate pentru cazul neglijării influenței pivotului în ipoteza repartiției uniforme pe o suprafață — coloana c — și a aplicării punctiforme a sarcinii — coloana d —. Diferențele între valorile calculate și cele măsurate sînt mai mici de 10 %, ceea ce se consideră acceptabil dacă se ține seama de faptul că pe lungimea TER de 20 mm apare o variație de tensiune, iar în calcule s-a considerat tensiunea într-un punct. De altfel o confirmare globală a ipotezei de calcul d — aplicarea

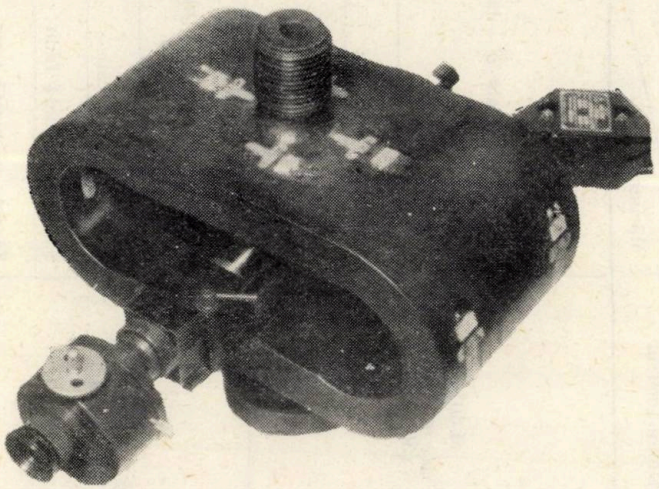


Fig. 4. — Dinamometru inelar lat echipat cu TER și extensometru cu microscop cu spirală.

punctiformă a sarcinii și neglijarea pivotului — rezultă din confruntarea mărimii săgeții calculate cu valoarea măsurată direct după axa de solicitare ; se constată o diferență de numai 3 % (fig. 5 *f*). În dreptul pivotului

Tabela 3

Date asupra solicitării corpului dinamometrelor sub sarcină maximă

Tensiuni calculate și deformații măsurate

Nr. crt.	Dinamometrul	Mărimea \ Zona fig		0	1	2	3
1.	M 6070 F_{max} = 500 kN (50 Mgf)	Tensiuni calculate σ — hbar	caz a	−19,43	42,21	36,39	3,10
			caz b	−19,48	42,29	36,34	3,59
			caz c	−24,04	48,69	32,07	51,29
			caz d	−31,01	60,79	31,75	60,02
		Deformații măsurate	εμm/mm	−1344,25	2673,00	1487,60	1650,10
		Săgeata calculată fmm	caz d		1,1922		
		Săgeata măsurată fmm			1,1588		
2.	MBO 1101 F_{max} = 500 kN (50 Mgf)	Tensiuni calculate σ — hbar	caz b	−45,11	80,00	61,48	1,89
			caz d	−53,98	92,47	54,70	93,46
		Deformații măsurate	εμm/mm	−2469,07	4197,75	2581,60	2416,45
		Săgeata calculată fmm	caz d		2,5904		
		Săgeata măsurată fmm			2,3993		
3.	MBO 1042 F_{max} = 600 kN (60 Mgf)	Tensiuni calculate hbar	caz d	58,16	−97,39	—	98,17
		Săgeata calculată fmm	caz d		2,6010		
		Săgeata măsurată fmm			2,4009		

(zona 3) tensiunile măsurate sînt mult mai mari decît cele stabilite în cazul că pivotul ar prelua integral solicitarea, relevînd apariția unei încovoieri suplimentare în planul transversal al corpului oval lat.

O comparație între tensiunile determinate extensometric și cele evaluate teoretic în cazul schemei *d* pentru două inele dinamometrice

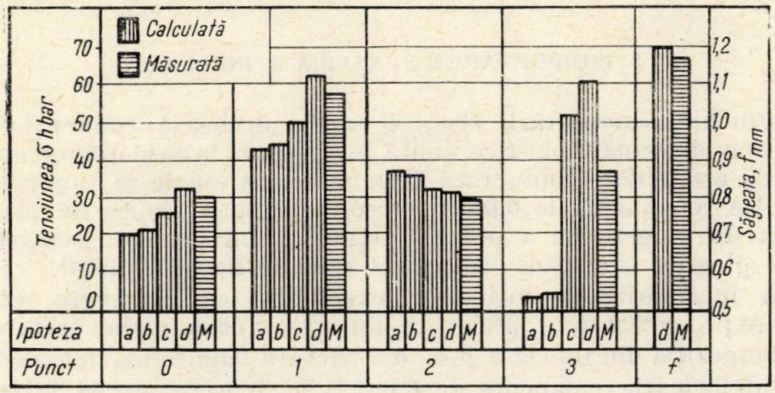


Fig. 5. — Tensiunile calculate în diversele ipoteze de încărcare și valorile măsurate cu TER pe conturul dinamometrului M 6070 ($F = 500$ kN).

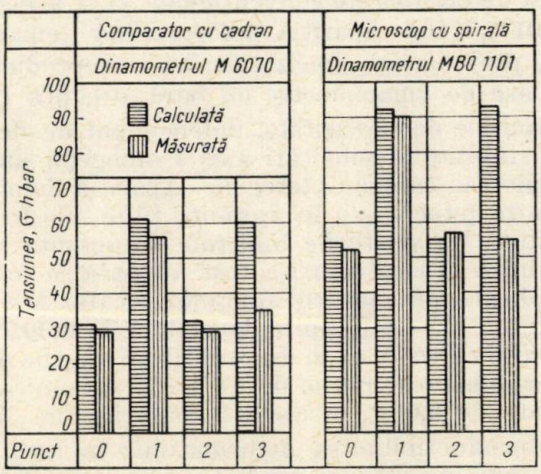


Fig. 6. — Tensiunile determinate cu TER și valorile calculate în ipoteza *d* — fig. 2 — pentru solicitarea maximă a dinamometrelor din tabela 2.

M 6070 și MB 1101 cu rigidități sensibil diferite este ilustrată în figura 6. Cu toate că rigiditatea dinamometrului MBO 1101 este mult mai scăzută și în mod implicit intervin tensiuni mult mai mari în exploatare : 90 hbar la MB10 1101 respectiv numai 60 hbar la M 6070, totuși corespondența cu valorile calculate este confirmată.

Aceste constatări validează adoptiunea schemei de încărcare *d* la evaluarea teoretică a tensiunilor din dreptul porțiunii curbate, în principal din fibrele extreme ale secțiunilor inelului din planul ecuatorial al dinamometrului. În consecință reiese că valoarea tensiunilor din aceste fibre este independentă de rigiditatea pivotului la orice nivel de solicitare a materialului, pînă la frontiera apariției deformațiilor plastice. În schimb

pentru analiza capacității de încărcare în zona pivotului neglijarea rigidizării nu este admisibilă, tensiunile determinate experimental — exceptînd influența concentratorului — sînt mai scăzute, de circa 60%. Rigidizarea pivotului de altfel este absolut necesară pentru a compensa creșterea tensiunilor — vîrfurile — provocată de prezența orificiului central practicat la confecționarea inelelor dinamometrice.

3. COMPORTAREA ELASTICĂ A INELULUI

Domeniul comportării elastice se demarchează convențional prin fixarea unei deformații plastice limită înregistrată la descărcarea epruvetei. Limita de elasticitate consacrată de normele naționale se raportează la o deformație remanentă de 0,01%. O corelație între limita de elasticitate și limita de curgere nu a putut fi stabilită întrucît progresarea deformațiilor plastice constituie un proces specific fiecărui metal.

La încercările de întindere executate cu epruvete cilindrice. (Ø 20 mm; $l_0 = 200$ mm), prelevate din oțeluri crom-nichel tratate termic — cu compoziția din tabela 2 și cu o structură bainito-martensitică — s-au decelat deformații remanente de 0,001% la tensiuni de 64 hbar pentru ca limita de elasticitate convențională să se atingă abia la 95 hbar, pentru $\varepsilon_p = 0{,}01\%$ [10]. Apariția deformațiilor remanente chiar și la nivelul 0,001% prejudiciază precizia înaltă a reproducerii măsurării impusă la unele clase de dinamometre cu bară dreaptă [6].

Limitele de elasticitate, independent de deformația remanentă definitorie, stabilite la solicitări axiale omogene sînt mult depășite în cazul solicitărilor cu tensiuni eterogene. Apariția deformărilor plastice locale — în anumite puncte sau în anumite fibre — este întîrziată prin oponența manifestată de straturile limitrofe subsolicitate. Prezența acestui efect de sprijinire între straturi a fost atestată la măsurarea deformațiilor cu TER aplicate pe conturul dinamometrului MB 1101; deformațiile s-au anulat integral — sub limita decelabilă de 0,001% — la descărcarea dinamometrului cu toate că în dreptul fibrei interne din zona curbă (*1* — fig. 6) s-a determinat o tensiune de 94 hbar, tensiunea aferentă unei deformări remanente de 0,01% în cazul încercărilor de întindere.

Reproductibilitatea deformațiilor în timp, condiționată de cumularea acțiunii încărcărilor repetate asupra limitelor comportării elastice a oțelului, nu poate fi apreciată pe baza caracteristicilor de durabilitate cunoscute: rezistențele la oboseală la ruperea metalului. Este necesar să se determine curbe de durabilitate pentru deformații plastice limită, care evident devansează curbele Wöhler uzuale [4].

Acțiunea cumulativă a încărcărilor repetate asupra comportării elastice a inelelor dinamometrice a fost examinată prin încercări la pulsatoare hidraulice. Dinamometrele MBO 1101 și MBO 1042 au fost expuse unui program de solicitări ciclice de diverse spectre înregistrîndu-se simultan variația deformațiilor fibrelor de pe conturul inelelor cu ajutorul TER conectate într-un montaj cu un osciloscop ORION — TR. 4101 — EMG 1538/1 (fig. 7). Pentru ridicarea preciziei de măsurare a mărimii forțelor ondulante s-a renunțat la evaluarea directă din înălțimea imaginii

de pe ecranul osciloscopului (fig. 8*a*), corespondentă dezechilibrării provocate la puntea TER. S-a restabilit echilibrul punții TER, sesizat prin apariția imaginii echivalente inverse pe ecranul osciloscopului (fig. 8*b*), iar din indicațiile reocordului s-a stabilit mărimea forței aplicate, prin convertirea aferentă diagramei de etalonare statică a dinamometrului.

Încercările de tracțiune ondulantă aplicate dinamometrului MBo 1101 au parcurs un program în trepte de solicitări cu diverse amplitudini pînă

Fig. 7. — Schema electrică bloc utilizată la măsurarea deformațiilor dinamometrului cu TER (fig. 4) sub încărcări oscilante.

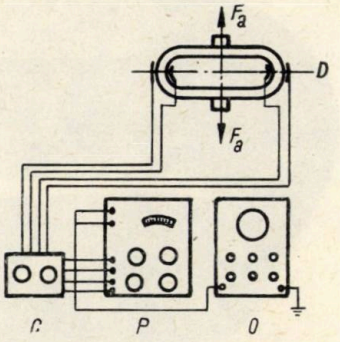
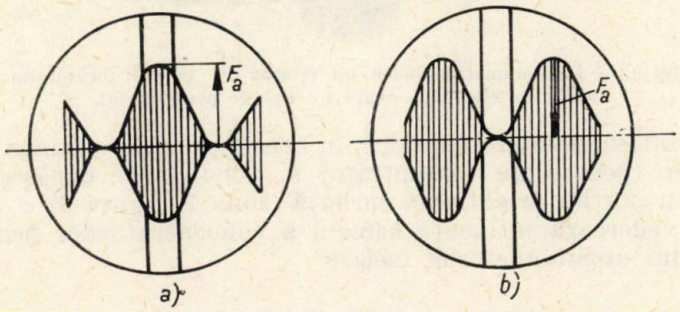


Fig. 8. — Reperarea amplitudinii încărcării oscilante pe ecranul osciloscopului la dezechilibrarea (*a*) și echilibrarea (*b*) punții TER.



la sarcina de 240 kN ($\approx$24 Mgf). Valorile deformațiilor măsurate cu TER au fost reproductibile în tot cursul programului în limita de $\pm$ 0,001 %. Prezența vîrfurilor de tensiune pe conturul interior $\sigma_n = 45$ hbar (pct. 1, fig. 3) nu a provocat deformări plastice decelabile cu echipamentul de măsurare utilizat. Influența concentratorului de tensiune din dreptul orificiului practicat în pivot nu s-a putut urmări din cauza dificultăților de plasare a unui TER în această porțiune. Se consideră însă că prezența acestui vîrf de tensiune ($\sigma_n = 41$ hbar cu un factor de formă $k_t = 2{,}3$) a rămas totuși localizată întrucît în comportarea globală a dinamometrului nu s-a remarcat nici o variație a deformației transversale; săgeata f măsurată cu microscopul cu spirală a rămas neschimbată.

Încercările de compresiune ondulantă aplicate dinamometrului MBo 1042 au parcurs un program în trepte de solicitări pînă la sarcina maximă a dinamometrului: 550 kN ($\approx$ 55 Mgf). În prima perioadă a încercărilor pînă la 240 kN ($\approx$ 24 Mgf) nu a intervenit nici o modificare a deformațiilor elastice. În a doua perioadă explorîndu-se încărcări între 50 kN ($\approx$ 5 Mgf) și 550 kN ($\approx$ 55 Mgf), a apărut o rupere intempestivă în

planul transversal, în dreptul pivotului superior (fig. 9), fără de a fi precedată de o modificare în corespondența dintre indicațiile pulsatorului hidraulic și ale dinamometrului. Analiza fractografică a secțiunii a identificat crăpături vechi — anterioare ruperii, provocate probabil în cursul tratamentului termic — la marginile orificiului pe fața interioară a inelului. Se apreciază că a intervenit o rupere fragilă provocată de vîrfurile de tensiune de la marginile orificiului central și exacerbată de crăpăturile

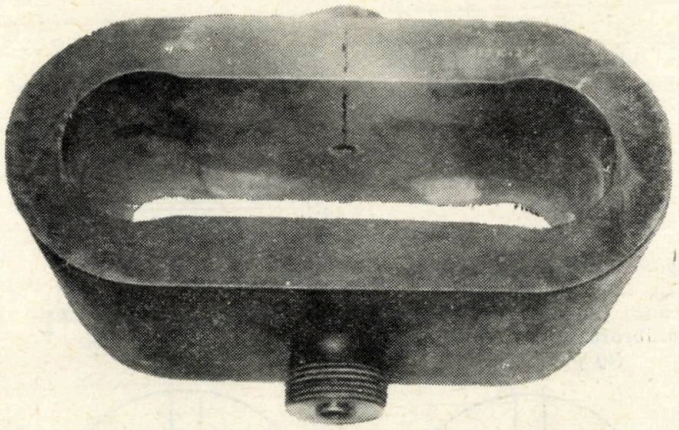


Fig. 9. — Dinamometru inelar lat fisurat în cursul încărcărilor oscilante (fisura relevată cu lichide penetrante).

existente. Dintr-o evaluare teoretică, în aceste puncte se atinge o tensiune de 135 hbar (pentru un concentrator $k_t = 2{,}3$), care depășește sensibil tensiunea din porțiunea extremă curbată (zona 1, figura 3) $\sigma = 98$ hbar. Astfel se învederează influența nefastă a concentratorilor pentru solicitarea corpului dinamometrelor inelare.

4. CONCLUZII

Analiza teoretică și experimentală a solicitărilor traductoarelor extenso — dinamometrice inelare evidențiază necesitatea reconsiderării criteriilor de dimensionare aplicate în prezent, dimensionare bazată pe adoptiunea principiilor generale de proiectare în construcția de mașini. Atît metodele de calcul a tensiunilor și a deformațiilor, precum și determinarea caracteristicilor mecanice definitorii pentru capacitatea elastică sînt invalidate de comportarea efectivă a corpului dinamometric în regimul de încărcare specific măsurării forțelor.

Condițiile de solicitare se definesc funcției de complexitatea conjuncției dimensiunilor inelului : raza de curbură (R), lățimea (b) și grosimea (h) a pereților; mărimea individuală este inoperantă, în schimb raporturile lor sînt hotărîtoare pentru starea de tensiune din corpul elastic. Variația tensiunilor în secțiunile transversale se diferențiază după suplețea pereților : raportul dintre grosime și raza de curbură, iar raportul lățimii față de dimensiunea omoloagă a ariei de aplicare a sarcinii, denumit zvelțețea profilului, îngrădește domeniul încărcării plane prin delimitarea lățimii portante.

Odată stabilită mărimea acestor rapoarte se discriminează în mod univoc starea de solicitare aferentă unei bare curbe, subțiri sau groase, respectiv unei plăci, cu momente încovoietoare într-un singur plan sau în două plane.

Evaluarea tensiunilor, diferențiată corespunzător stării de solicitare specifice configurației geometrice a inelului, trebuie să urmărească și variația dimensiunilor în lungul conturului, în special trebuie să se țină seama de variația rigidității inerentă construcției în zona privotului de aplicare a sarcinii. În această zonă apar frecvent suprasolicitări — prin intervenția concentratorilor (găuri, treceri bruște de secțiune etc.) care trebuie compensate atît prin majorarea dimensiunilor cît și prin măsuri tehnologice.

Alegerea unor valori reper la fixarea tensiunilor admisibile pentru proiectarea inelelor elastice reclamă noi determinări de caracteristici mecanice ale oțelurilor care să demarcheze apariția deformațiilor plastice de la valorile cele mai scăzute decelabile extensometric, de la 0,001 %, în stări de tensiune omogene și eterogene precum și în regimuri de încărcări singulare și repetate. Caracteristicile mecanice examinate în practica recepției actuale sînt neconcludente pentru reproductibilitatea deformărilor elastice ; limita de elasticitate determinată la încercările de tracțiune, pentru deformații plastice de 0,01 %, este nesatisfăcătoare față de precizia reclamată la măsurare, iar limitele de oboseală cunoscute se referă exclusiv la ruperea materialului fără de a oferi vreo informație asupra deformărilor plastice cumulate la repetarea încărcării.

Ținînd seama de criteriile de apreciere a condițiilor de solicitare propuse, coroborate de rezultatele investigațiilor extensometrice, se consideră că se conferă dimensionării inelelor dinamometrice o mai mare confidență în realizarea reproductibilității deformărilor elastice în regimul specific de exploatare la nivelul exigențelor metrologice impuse claselor de precizie a dinamometrelor proiectate.

Primit la redacție la data de 11 octombrie 1970

BIBLIOGRAFIE

1. E. Baumann, *Über einige Probleme bei der Kraftmessung mittels grossflächiger Kraftmesselemente.* Feingerätetechnik, **15**, *12*, 542—546 (1966).
2. H. Bauschke, *Kraftmessung* — Taschenbuch Maschinenbau. Bd. **I**, Verlag Technik, Berlin, 1967.
3. J. Burbach, *Unvermeindliche Einflüsse der Belastungsgeschwindigkeit auf die Anzeige von Lastzellen.* VDI Berichte, *137* (1970).
4. J. Burbach, *Zum zyklischen Verformungsverhalten einiger technischer Werkstoffe.* Tech. Mitt. Krupp Forsch. Berichte, **28**, *2* (1970).
5. N. Fîntînaru, S. Tîrnea, *Despre tensiunile dintr-un dinamometru eliptic.* Metrologia aplicată, **13**, *5*, 193—201 (1966).
6. G. Földes, *Über Kraftmessdosen mit volumetrischer Anzeige-Feingerätetechnik*, 15, 11, 487—597 (1966).
7. G. F. Malikov, A. Sneiderman, A. M. Sulemovici, *Rascioti uprugih tensometriceskih elementov.* Masinostroenie, Moscova, 1964.
8. R. E. Peterson, *Stress Concentration Design Factors.* J. Willey Sons, New York, 1959.
9. M. Rațiu, P. Popescu, Tehnica măsurării forțelor. Edit. didactică și pedagogică, București, 1964.
10. M. Rațiu, *Berechnungsgrundlagen für Verformungskörper von Kraftmessgeräten.* VDI-Berichte, **137**, *55*—61 (1970).

COMPORTAREA METALURGICĂ LA SUDARE A OȚELULUI PD

T. SĂLĂGEAN, M. HRELESCU, CLARA BOARNĂ, D. DEHELEANU
Centrul de sudură și încercări la oboseală, Timișoara

Se face o analiză a comportării metalurgice la sudare a oțelului *PD*, bazată pe: cercetarea plasticității zonei influențate termic, tendința spre îmbătrînire și tendința spre fisurare. Rezultatele obținute sînt comparate cu cele de la oțeluri similare produse în alte țări. Concluzia este că oțelul *PD* are o comportare la sudare cel puțin egală cu a oțelului internațional *HT*-50.

1. Oțelul românesc *PD* este un oțel slab aliat cu rezistență mare pentru construcții sudate importante ca siguranță în funcționare și dimensiuni, putînd atinge temperaturi de exploatare de −50° C. În țara noastră prima construcție sudată de amploare ce a utilizat oțelul *PD* este podu peste Dunăre de la Giurgieni—Vadul Oii, fapt pentru care a primit inițialele *PD* = pod Dunăre.

Oțelurile slab aliate cu rezistență mare se produc în două feluri: *non QT* la care rezistența mare se obține numai prin elementele de aliere introduse și care se livrează în stare laminată sau normalizată. Oțelurile *non QT* se prelucrează la cald, respectiv se sudează, fără pericolul de a li se reduce însușirile mecanice, iar la sudare nu prezintă înmuierea în zona influențată termic. Rezistența la rupere σ_r care se atinge este de 65 kgf/mm², pentru că peste această valoare este necesar un nivel de aliere mai mare și comportarea metalurgică la sudare se înrăutățește. Al doilea fel de producere este numit *QT* pentru că rezistența mare se obține atît prin aliere cît și printr-un tratament de călire-revenire. Ele au $\sigma_r \geqslant 60$ kgf/mm² putîndu-se atinge chiar 200 kgf/mm². Oțelurile *QT* se pot prelucra la cald numai dacă după prelucrare există condiții de a reface tratamentul *QT*. La sudare trebuie luate precauții în vederea limitării fenomenului de înmuiere în zona influențată termic prin limitarea energiei liniare a surselor de căldură.

Indiferent de felul producerii, oțelurile slab aliate cu rezistență mare respectă cele arătate în tabela 1. Aceste condiții sînt general agreate pe plan mondial [1], [2], [3].

Oțelul *PD* este *non QT* pentru că principala sa destinație sînt construcțiile mari, care se sudează lîngă locul sau chiar pe locul de montare în subansambluri mari. Astfel eventualele tratamente de călire-revenire

St. cerc. metalurg., Tom. 16, Nr. 1, 1971, p. 57—74

după sudare nu se pot efectua. La construcția podului peste Dunăre, s-au sudat pe șantier tronsoanele de 91, 102 și 218 m prin suduri de montaj la grosimi de tablă de 20 mm în poziții de sudare orizontală, verticală, în cornișe și pe plafon. Rezultatele bune obținute se datoresc și faptului că oțelul *PD* este de tipul *non QT*.

Tabela 1

Condiții general acceptate la oțeluri slab aliate cu rezistență mare

Compoziția chimică

Condiții: C $\leqslant$ 0,25%; fiecare element de aliere cu excepția carbonului $\leqslant$ 2%; suma tuturor elementelor de aliere, inclusiv carbonul $\leqslant$ 5%.

Limite uzuale la elementele de aliere:

0,12...0,20% C
0,25...0,60% Si
0,60...1,50% Mn
P < 0,035%
S < 0,035%
V în jur de 0,15%
1,00...1,50% Ni
0,20...1,30% Cr
Mo în jur de 0,40%
B în jur de 0,005%
Zr în jur de 0,15%

Însușiri mecanice

Limita de curgere σ_c între 32 și 100 kgf/mm^2

Rezilienţele pe epruvete Charpy V să fie între 3,5 (la oțeluri cu rezistențe spre limita superioară) și 8,0 mkgf/cm^2 pentru temperaturi pînă la —50° C.

2. Vom examina mai întîi modul cum se încadrează oțelul *PD* în clasificările acceptate pe plan internațional pentru oțeluri slab aliate cu rezistență mare. Aceste clasificări se bazează pe compoziția chimică și pe însușiri mecanice uzuale. Compoziția chimică și însușirile mecanice ale oțelului *PD* au fost determinate pe două loturi, diferite între ele ca perioade de timp în care s-au livrat, conținînd 8 și respectiv 12 șarje. Oțelul s-a prezentat sub formă de table cu grosimi între 8 și 20 mm.

2.1. Pentru determinarea compoziției chimice s-au făcut 404 analize complete: 198 la lotul I și 206 la lotul II. Rezultatele sînt prezentate în distribuție pe frecvențe în tabela 2 și grafic în figura 1. Sulful și fosforul au fost totdeauna mult sub 0,035% fiecare, iar conținutul în aluminiu a fost strîns grupat în jurul valorii 0,05%. Din datele prezentate rezultă următoarele:

— Histogramele carbonului, siliciului și vanadiului sînt unimodale, astfel că la aceste elemente se pot determina valorile probabile.

— Histogramele manganului sînt bimodale, astfel că la fiecare lot sînt cîte două valori probabile; este numai o întîmplare statistică faptul că cele două valori probabile sînt aceleași la ambele loturi: 1,08% (33 analize lot I și 45 analize lot II) și 1,28% (31 analize lot I și 27 analize lot II).

— Nivelul de aliere al lotului I este mai scăzut decît cel al lotului II, diferența de nivele fiind statistic semnificativă. Din acest motiv nu am

calculat decît conținuturile medii pe fiecare lot și nu am efectuat media generală pe cele două loturi. Calculul mediei pe lot a fost posibil deoarece diferențele de compoziție chimică pe grosimi de tablă nu erau statistic semnificative.

Pe baza celor arătate am ales cinci feluri de compoziții chimice reprezentative, cu care am făcut calculele necesare la diversele criterii

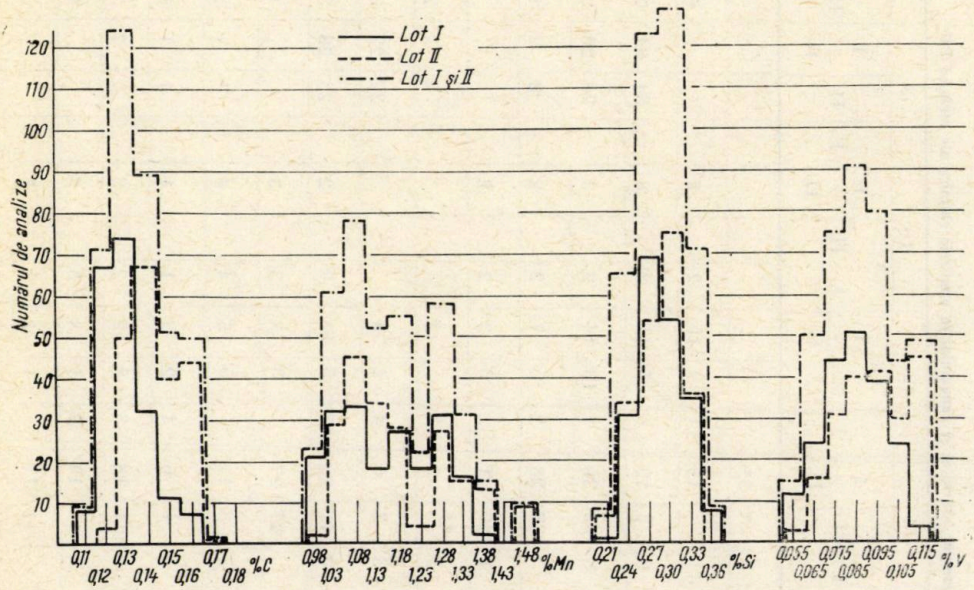


Fig. 1. — Histogramele carbonului, manganului, siliciului și vanadiului în analizele chimice ale oțelului *PD*.

de comportare. Compozițiile chimice reprezentative sînt arătate în tabela 3 unde s-au dat și semnificațiile notațiilor introduse. Să observăm că compozițiile chimice modale Chmo 1 și Chmo 2 bazate pe conținuturile probabile nu sînt compozițiile chimice cele mai probabile, fiindcă șansa, ca toate elementele de aliere să fie simultan la valorile modale, este mică.

2.2. Însușirile mecanice necesare pentru clasificare sînt : rezistența la rupere σ_r ; limita de curgere σ_c ; reziliența pe epruvete Charpy V KV și alungirea δ_5.

— Distribuția pe frecvențe și histogramele aferente pentru σ_r și σ_c sînt arătate în tabela 4 și figura 2. Se vede că la lotul I histogramele sînt bimodale, iar la lotul II unimodale. Fenomenul se explică prin influența a doi factori asupra lui σ_r și σ_c : nivelul de aliere NA și grosimea tablelor t. La lotul I cu NA mai redus, influența lui t este simțită și astfel scăderea lui t provoacă al doilea mod al histogramei. Existența unor corelații foarte bune între σ_r , respectiv σ_c și t (fig. 3 și 4) la lotul I întărește această concluzie. La lotul II, NA mai mare estompează influența lui t și în histogramă nu apare al doilea mod. De altfel, la lotul II corelația σ_c cu t este mai slabă, iar între σ_r și t nu există corelație. Din aceste motive mediile

Tabela 2

Distribuția de frecvențe a carbonului, manganului, siliciului și vanadiului în analizele chimice ale oțelului *PD*

	grosime mm / %	20			18			15 și 16			14			12			10			8			I		II		I + II	
		I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	D	M	D	M	D	M
Carbon	0,11	3		3	2		2				3	*	3*										8		*		8*	
	0,12	23		23	14		14	6		6	11		11	11	4	15	2		2				67		4		71	
	0,13	25		25	19	8	27	7		7	9	3	12	6	5	11	8		8		34	34	74		50		124	
	0,14	9	3	12	7	9	16	5		5	8	22	30	1	13	14	2		2		20	20	32	0,1290	67	0,1435	99	0,1367
	0,15	3	3	6	1	2	3	3		3		28	28	2	5	7	2		2		2	2	11		40		51	
	0,16	1		1	1	1	2	1		1	1	40	41		3	3	2		2				6		44		50	
Mangan	0,98	10		10	4		4	1		1	3	**	3	3		3					2	2	21		2**		23**	
	1,03	14		14	8		8	3		3	3	3	6	4	4	8					22	22	32		29		61	
	1,08	9	4	13	5	2	7	1		1	9	11	20	7	5	12	2		2		23	23	33		45		78	
	1,13	9	2	11	3	2	5	3		3		27	27		3	3	3		3				18		34		52	
	1,18	12		12	1	14	15	7		7	3	8	11		5	5	4		4		1	1	27		28		55	
	1,23	2		2	8		8	1		1	5	1	6	1	2	3	1		1		1	1	18		4		22	
	1,28	7		7	9		9	3		3	7	11	18	3	9	12	2		2		7	7	31	1,1535	27	1,1770	58	1,1624
	1,33	1		1	5	1	6	3		3	2	13	15	2	1	3	3		3				16		15		31	
	1,38				1	1	2					11	11		1	1	1		1				2		13		15	

Siliciu	0,21					2	2				1	5	6										1		7		8		
	0,24	1	3	4	10	2	12	7		7	6	22	28	1	5	6	6		6		2	2	31		34		65		
	0,27	23	3	26	16	1	17	3		3	13	41	54	8	9	17	6		6				69	0,2870	54	0,2846	123	0,2857	
	0,30	23		23	9	4	13	3		3	8	22	30	9	16	25	2		2		33	33	54		75		129		
	0,33	15		15	6	11	17	6		6	4	4	8	2		2	2		2		21	21	35		36		71		
	0,36	2		2	3		3	3		3													8				8		
Vanadiu	0,055	2		2	1		1	1		1	3	1	4	5		5					2	2	12		3		15		
	0,065	2	1	3	11	1	12	2		2	2	11	13	4		4	3		3		3	3	24		16		40		
	0,075	14	1	15	10	3	13	3		3	9	12	21	4	5	9	4		4		10	10	44		31		75		
	0,085	21	1	22	9	6	15	4		4	12	18	30	3	5	8	2		2		10	10	51	0,0835	40	0,0093	91	0,0373	
	0,095	16	2	18	8	3	11	9		9	3	22	25	2	6	8	1		1		8	8	39		41		80		
	0,105	9	1	10	5	5	10	3		3		13	13	2	5	7	5		5		6	6	24		30		54		
	0,115					2	2				3	17	20		9	9	1		1		17	17	4		45		49		
	Nr. analizelor	64	6	70	44	20	64	22	0	22	32	94	126	20	30	50	16	0	16	0	56	56	198		206		404		

* Se adaugă o analiză la 0,17% C.

** Se adaugă nouă analize la 1,48% C.

D distribuția pe toate grosimile.

M media pe toate grosimile.

Tabela 3

Compoziţiile chimice reprezentative ale oţelului *PD*

Compoziţia chimică bazată pe :	Notaţia	Lot nr.	Conţinutul în element de aliere %				Tendinţe spre fisurare		Duritate	
			C	Si	V	Mn (bimodal)	P_c %	ϑ_r °C	C'_e %	HM HV 10
Valori medii	Ch med	I	0,129	0,287	0,084	1,154	0,3387	90	0,3392	266
		II	0,144	0,285	0,093	1,162	0,3550	115	0,3579	278
		I+II	0,1367	0,2857	0,0873	1,1624	0,3470	105	0,3485	272
Valori probabile	Ch mod 1	I	0,130	0,270	0,085	1,080	0,3279	75	0,3273	258
		II	0,140	0,300	0,115	1,080	0,3459	100	0,3405	267
		I+II	1,135	0,285	0,100	1,080	0,3329	80	0,3285	260
	Ch mod 2	I	0,130	0,270	0,085	1,280	0,3455	100	0,3546	276
		II	0,140	0,300	0,115	1,280	0,3635	125	0,3768	291
		I+II	0,135	0,285	0,100	1,280	0,3465	105	0,3618	282
Valori la limita inferioară	Ch L		0,110	0,210	0,055	0,980	0,3055	40	0,2863	230
Valori la limita superioară	Ch U		0,170	0,360	0,115	1,480	0,3865	160	0,4160	317

pe lot pentru σ_r și σ_c nu au consistență și deci nu au fost calculate, iar histogramele cumulate pe ambele loturi nu s-au desenat.

— Rezilienta KV măsurată la $+20°$ C a dat valori mult peste 20 mkgf/cm² și analiza ei statistică nu s-a efectuat tocmai din acest motiv. Rezilienta KV la $-30°$ C a fost studiată mai adînc fiind considerată ca

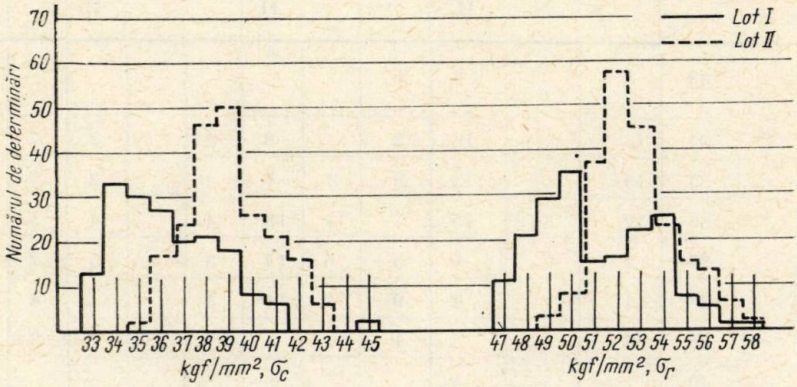


Fig. 2. — Histogramele rezistenței la rupere σ_r și limitei de curgere σ_c la oțelul *PD*.

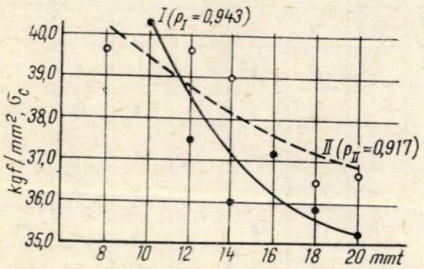


Fig. 3. — Corelațiile între limita de curgere σ_c și grosimea tablelor t la loturile I și II.

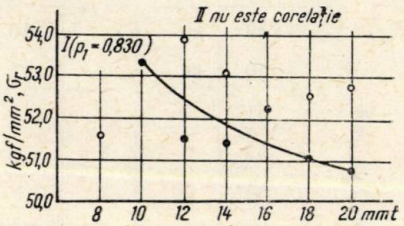


Fig. 4. — Corelațiile între rezistența de rupere σ_r și grosimea tablelor t la loturile I și II.

fundamentală în privința tendinței spre fragilizare la temperaturi scăzute. S-au încercat 1128 de epruvete la $-30°$ C și distribuția pe frecvențe a rezilienței este arătată în tabela 5 și figura 5. Din cauză că la tablele de 8 mm grosime s-au folosit epruvete reduse, s-a calculat o extensie a distribuției pe frecvențe a rezilienților acestor table. Toate epruvetele au fost prelevate longitudinal. Între rezilienta KV și t nu există corelație și astfel s-au putut calcula medii consistente pe fiecare lot rezultînd în mkgf/cm² valorile : 11,7 la lotul I și 8,5 la lotul II, semnificativ diferite între ele.

— Alungirea δ_5 nu diferă semnificativ pe grosimi de tablă și loturi. Histogramele sînt arătate în figura 6 și arată distribuții bimodale la valorile de 29% (78 măsurători) și de 31% (76 măsurători).

Tabela

Distribuția pe frecvențe a rezistenței la rupere σ_r și a limitei

	grosime mm	20			18			15 și 16			14		
		I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II
σ_c kgf/mm²	33	8		8	5		5					*	*
	34	16		16	8		8	2		2	7		7
	35	13		13	6	1	7	2		2	7	1	8
	36	12	3	15	7	11	18	4		4	5	3	8
	37	4	2	6	8	6	14	3		3	2	16	18
	38	1	1	2	9	2	11	4		4	4	28	32
	39	5		5	1		1	7		7	3	16	19
	40	1		1								6	6
	41											16	16
	42											7	7
σ_r kgf/mm²	47	9		9				2°		2°		°	°
	48	12		12	8		8						
	49	10		10	9		9	1		1	6	3	9
	50	11		11	2		2	4		4	9	2	11
	51	7		7	4	1	5	2		2		9	9
	52	3	3	6	8	9	17	1		1	3	24	27
	53	5	2	7	5	8	13	4		4	3	23	26
	54	2	1	3	6	2	8	5		5	5	16	21
	55	1		1	2		2	1		1	1	7	8
	56							1		1	1	7	8
	57											4	4
Nr. analizelor		60	6	66	44	20	64	22	0	22	28	96	124

* Se adaugă trei încercări la 43 kgf/mm²

** Se adaugă două încercări la 45 kgf/mm²

*** Se adaugă șase încercări la 43 kgf/mm²

**** Se adaugă șase încercări la 43 kgf/mm² și două încercări la 45 kgf/mm²

4

de curgere σ_c la oţelul *PD*

12			10			8			I		II		I+II	
I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	*D*	*M*	*D*	*M*	*D*	*M*
			**		**		*	*	** 13		***		**** 13	
									33				33	
2		2							30		2		32	
9		9							37		17		54	
3		3							20	36,3	24	39,0	44	37,7
	7	7	3		3		8	8	21		46		67	
	12	12	2		2		22	22	18		50		68	
2	3	5	5		5		17	17	8		26		34	
4	2	6	2		2		3	3	6		21		27	
	6	6					3	3			16		16	
									11°		°		11°°	
1		1							21				21	
3		3							29		3		32	
9		9					6	6	35	51,0	8	52,9	43	52,0
1		1	1		1		27	27	15		37		52	
	5	5	1		1		16	16	16		57		73	
	12	12	5		5				22		45		67	
1	2	3	6		6		2	2	25		23		48	
1	4	5	1		1		4	4	7		15		22	
3	5	8					1	1	5		13		18	
1	2	3							1		6		7	
20	30	50	14	0	14	0	56	56	188		208		396	

° Se adaugă o încercare la 58 kgf/mm²
°° Se adaugă două încercări la 58 kgf/mm²
D distribuţia pe toate grosimile
M media pe toate grosimile.

Tabela 5

Distribuţia pe frecvenţe a rezilienţei *KV* la −30° C la oţelul *PD*

KV la −30°C mkgf/cm² \ grosime mm	20			18			15 şi 16			14			12			10			8			I		II		I+II	
	I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	I	II	I + II	*D*	*M*	*D*	*M*	*D*	*M*
5,1... 7	19 *		19 *	17 **	24 ***	41 ****	13		13	9	56 °	65 °		16	16	4		4		136 °°	136 °°	62 Δ		232 ΔΔ		294 ΔΔΔ	
7,1... 9	38		38	17	19	36	18		18	9	85	94	8	27	35	12		12		7	7	102		138		240	
9,1...11	34		34	19	9	28	11		11	19	67	86	18	23	41	4		4		1	1	104		100		204	
11,1...13	31		31	22	6	28	5		5	13	48	61	13	18	31	9		9				93		72		165	
13,1...15	17		17	13		13	3		3	5	16	21	5	4	9	5		5		7	7	48		27		75	
15,1...17	9		9	12		12	2		2	11	8	19	6	2	8	3		3		6	6	43		16		59	
17,1...19	12		12	12		12	1		1	11	1	12	2		2					2	2	38		3		41	
19,1...21	7		7	8		8	1		1	7		7	2		2							25				25	
Nr. analizelor	168	0	168	132	60	192	54	0	54	84	282	366	54	90	144	36	0	36	0	168	168	528		600		1128	

* Se adaugă o determinare la 4,6 mkgf/cm²

** Se adaugă o determinare la 4,1 mkgf/cm², şase la 22,5 mkgf/cm² şi cinci la 25,5 mkgf/cm²

*** Se adaugă două determinări la 4,1 mkgf/cm²

**** Se adaugă trei determinări la 4,1 mkgf/cm², şase la 22,5 mkgf/cm² şi cinci la 25,5 mkgf/cm²

° Se adaugă o determinare la 4,1 mkgf/cm²

°° Se adaugă nouă determinări la 4,7 mkgf/cm²

Δ Se adaugă următoarele: 1 × 4,1; 1 × 4,6; 5 × 25,5; 6 × 22,5;

ΔΔ Se adaugă următoarele: 3 × 4,1; 9 × 4,7;

ΔΔΔ Se adaugă următoarele: 4 × 4,1; 1 × 4,6; 9 × 4,7; 5 × 25,5; 6 × 22,5.

Extensie 8/II

8/II	
4,6 – 5,0	12
5,1 – 5,5	19
5,6 – 6,0	44
6,1 – 6,5	59
6,6 – 7,0	11

2.3. În *tabela 6* se prezintă sinteza datelor de clasificare (analiză chimică și însușiri mecanice) la oțelul *PD*. Analizînd aceste date se constată următoarele :

— Între nivelele de aliere și însușirile mecanice există o bună corelație. Astfel nivelul de aliere mai redus la lotul I decît la lotul II face ca σ_r și σ_c să fie mai mici la lotul I decît la lotul II, iar rezilienţele *KV* să fie mai mari la lotul I decît la lotul II.

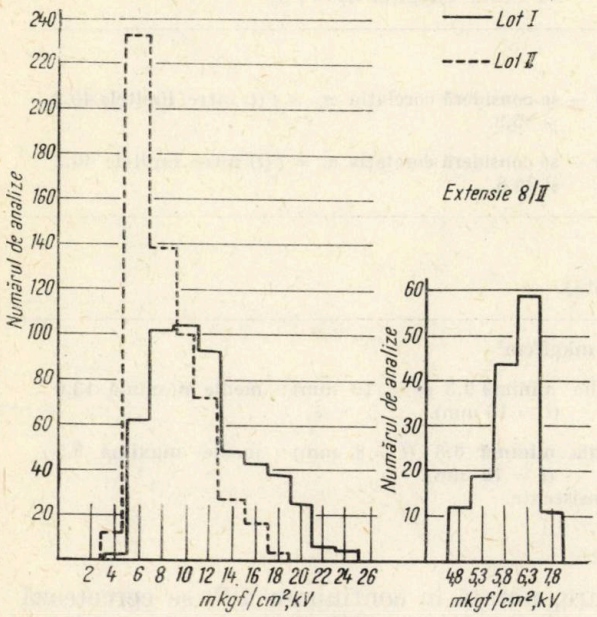


Fig. 5. — Histogramele rezilienței *KV* la — 30° C ale oțelului *PD*.

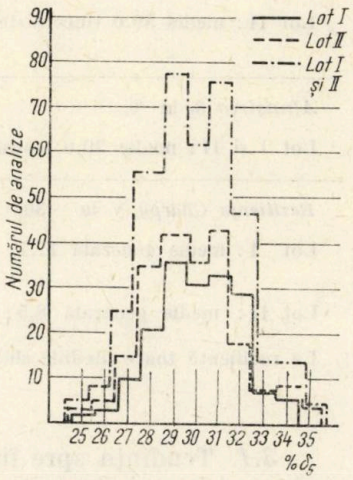


Fig. 6. — Histogramele alungirii δ_5 la oțelul *PD*.

— Oțelul *PD* respectă condițiile general acceptate pentru oțeluri slab aliate cu rezistență mare (tabela 1).

— În raport cu noua clasificare a oțelurilor pentru structuri sudate recomandată de Institutul Internațional de Sudură (*IIS*) [2] oțelul *PD* aparține clasei *E* și deci se poate utiliza la „structuri la care o rupere fragilă ar avea consecințe catastrofale, datorită grosimilor de tablă, complexității construcției, încărcărilor ce apar și modului de exploatare".

— În raport cu condițiile cerute oțelului *HT-50*, după notații internațional acceptate, oțelul *PD* corespunde întocmai cu acest tip de oțel, așa cum va rezulta din cele ce urmează.

3. Aprecierea comportării metalurgice la sudare a oțelului *PD* s-a făcut prin estimarea influenței factorilor care provoacă scăderea plasticității în zona influențată termic (*ZIT*). Încercările folosite la estimare au fost : tendința spre fisurare, duritatea sub cordon, unghiul de încovoiere statică, rezilienţa și îmbătrînirea tensotermică.

Tabela 6

Sinteza datelor de clasificare a oțelului *PD*

Rezistența la rupere σ_r în kgf/mm²

Lot I: medie 51,0 (inconsistentă) — se consideră corelația $\sigma_r = f(t)$ între limitele 53,4 și 49,8.

Lot II: medie 52,9 (consistentă) — nu există corelația $\sigma_r = f(t)$

Limita de curgere σ_c în kgf/mm²

Lot I: media 36,3 (inconsistentă) — se consideră corelația $\sigma_c = f(t)$ între limitele 40,2 și 35,3.

Lot II: media 39,0 (inconsistentă) — se consideră corelația $\sigma_c = f(t)$ între limitele 40,3 și 36,8.

Alungirea δ_5 în %

Lot I și II: medie 30,0 (consistentă).

Rezilienta Charpy V la −30° C în mkgf/cm²

Lot I: medie generală 11,7; media minimă 9,3 (t = 16 mm); medie maximă 13,0 (t = 18 mm).

Lot II: medie generală 8,5; media minimă 6,8 (t = 8 mm); medie maximă 9,5 (t = 12 mm).

La rezilienă toate mediile sînt consistente.

3.1. Tendința spre fisurare, notată în continuare *TF*, se cercetează conform ipotezei de inițiere: la cristalizare, întîrziată și prin scăderea temperaturii. Considerînd că rezilienta la temperaturi scăzute ne dă informații despre *TF* la temperaturi scăzute, am cercetat *TF* prin cristalizare și întîrziată, folosind parametrul de fisurare P_c definit de relația [1]:

$$P_c = \mathrm{C} + \frac{\mathrm{Si}}{30} + \frac{\mathrm{Mn}}{20} + \frac{\mathrm{V}}{10} + \cdots + \frac{t\,(\mathrm{mm})}{600} + \frac{\mathrm{H}\,(\mathrm{cm^3/100\,g})}{60}$$

În cazul oțelului *PD*, calculul lui P_c s-a efectuat pentru cele cinci compoziții chimice reprezentative și valorile obținute sînt date tot în tabela 3. În calcule s-au folosit valorile cele mai defavorabile pentru t (t = 20 mm) și pentru conținutul în hidrogen al *ZIT*-ului (H = 6 cm³/100 g). Au rezultat 11 valori ale lui P_c, care au fost introduse în diagrama ce definește domeniile „cu fisuri" și „fără fisuri" cu regresia:

$$\vartheta_p = f(P_c)$$

unde ϑ_p este temperatura minimă de preîncălzire necesară pentru ca *TF* să se reducă la zero. Se vede că punctele figurative ale oțelului *PD*, notate

în diagramă (figura 7) cu cifre de la 1 la 11 se grupează între limitele 40 și 160° C ca temperaturi de preîncălzire. Să observăm că punctul 11, figurativ pentru cazul cînd toate elementele de aliere s-ar afla simultan la conținuturile maxime, are o probabilitate de realizare practic nulă, fiindcă înseși conținuturile maxime în parte au probabilități de realizare reduse. Ca atare domeniul lui ϑ_p se poate reduce la intervalul 40—120° C. Și

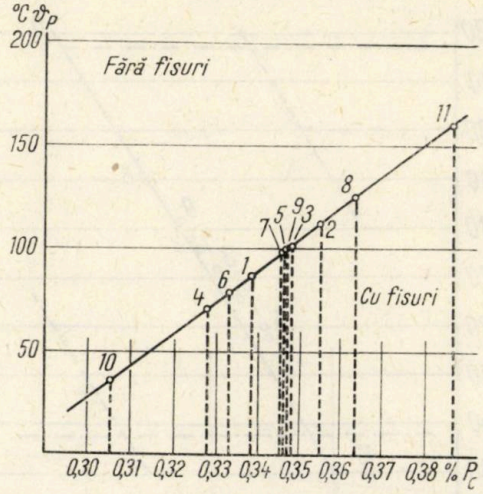


Fig. 7. — Domeniile „cu fisuri" și „fără fisuri" determinate de corelația dintre temperatura minimă de preîncălzire ϑ_p și parametrul de fisurare P_c.

acesta este acoperitor fiindcă la calculul lui P_c am luat pentru t o valoare mare și pentru H o valoare mai mare decît valorile normale întîlnite în practică. La sudarea oțelului PD se folosesc zguri bazice, care sub cordon nu introduc mai mult de 3—4 cm³/100 g hidrogen.

În consecință TF a oțelului PD se poate reduce la zero, aplicînd o preîncălzire între 40 și 120° C, după criteriul parametrului de fisurare

3.2. Duritatea maximă sub cordon (în ZIT), notată în continuare cu HM, s-a determinat mai întîi prin calcul cu relația [1]:

$$HM = 666 \times C'_e + 40$$

$$C'_e = \mathrm{C} + \frac{\mathrm{Mn}}{6} + \frac{\mathrm{Si}}{24} + \frac{\mathrm{V}}{14} + \ldots$$

în care carbonul echivalent C'_e a fost și el calculat cu cele cinci compoziții chimice reprezentative (tabela 3). HM rezultă astfel între 230 și 317 HV10. Considerînd și regresia $HM = f(C'_e)$ determinată experimental [1] pe un număr foarte mare de oțeluri slab aliate cu rezistență mare, vedem că punctele figurative 1—11 ale oțelului PD se situează foarte strîns în jurul dreptei de regresie (linia plină). Liniile întrerupte arată limitele între

care s-au încadrat 99,9% din măsurătorile făcute de autorii corelației (figura 8).

Concluzia este că oțelul *PD*, din punctul de vedere al lui *HM* se așază pe linia mediană a oțelurilor din clasa aparținătoare.

De altă parte s-au făcut și măsurători de duritate în *ZIT* atît la suduri depuse pe plăci în laborator cît și la suduri executate la construcția

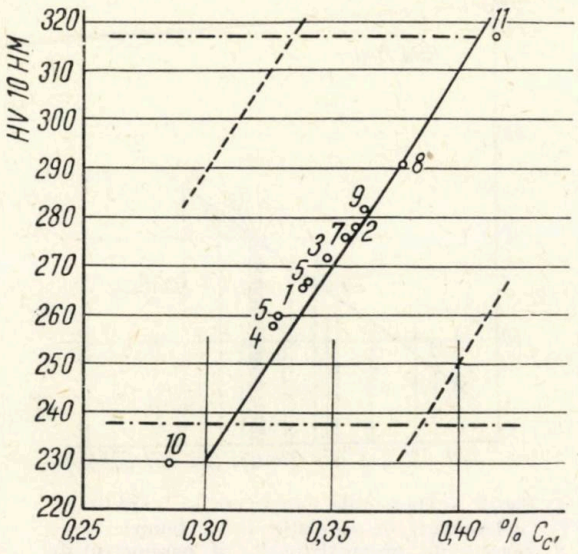


Fig. 8. — Regresia dintre duritatea maximă sub cordon *HM* și carbonul echivalent C'_e la oțelurile slab aliate cu rezistență mare.

plăcilor ortotrope ale podului peste Dunăre. În acest din urmă caz măsurătorile de duritate s-au efectuat în cadrul controlului periodic al calității sudurilor prin sacrificarea unor plăci ortotrope alese la întîmplare din producția de serie. Cele peste 5 000 de determinări au arătat că *HM* în *ZIT*-ul sudurilor depuse, a sudurilor cap la cap, în cruce și în *T*, s-au situat între limitele 238—317 HV10. Faptul arată o excelentă concordanță între duritatea maximă calculată și duritatea maximă măsurată atît la suduri de laborator cît și la suduri din construcția podului.

În consecință duritatea maximă sub cordon *HM* a oțelului *PD* nu depășește 317 HV10, situîndu-se deci sub limita admisă curent de 350 HV10 și mult sub limita de 430 HV10 admisă de cercetătorii japonezi pentru oțelul HT-50, similar oțelului *PD*.

3.3. Încercarea de încovoiere statică s-a făcut pe epruvete în *T* conform unei metodici propuse de C. E. Jackson [4]. Tipul epruvetei și modul de încercare sînt arătate schematic în figura 9. Au fost încercate 36 de epruvete rezultînd distribuția pe frecvențe a unghiului α pînă la care nu au apărut fisuri (figura 10). Conform criteriului elaborat de autorul încercării, la oțelul *PD*, unghiul α trebuie să aibă o valoare minimă de 20°.

În cazul nostru două epruvete s-au rupt la $\alpha = 15°$, adică sub limită, iar majoritatea au arătat o valoare probabilă între 51 și 67°. Examinînd cele două epruvete în culpă am văzut că ele nu pot fi luate în considerare din cauză că nu au fost respectate prescripțiile privind geometria sudurilor epruvetelor. Ca atare, cele două epruvete nu acuză o plasticitate scăzută a oțelului *PD* în *ZIT* ci evidențiază o calitate necorespunzătoare

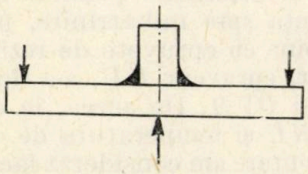


Fig. 9. — Epruveta și modul de încercare la încovoiere statică după C. E. Jackson.

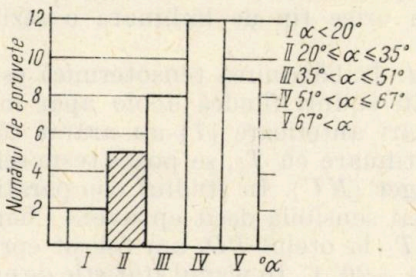


Fig. 10. — Histograma unghiului de încovoiere statică α la încercarea pe epruvete C. E. Jackson

a sudurii. În consecință ele trebuie eliminate din aprecierile de comportare la sudare a oțelului.

Concluzia este că oțelul *PD* satisface încercarea de încovoiere statică, arătînd valori ale unghiului α mult peste limita minimă prescrisă.

3.4. Reziliența măsurată cu ajutorul epruvetei Charpy V la −30° C, notată în continuare cu *KV*, a arătat că *ZIT*-ul are o comportare foarte bună. Epruvetele s-au prelevat astfel ca fundul crestăturii să se plaseze în *ZIT*. Determinările s-au efectuat pe 105 epruvete extrase, conform unui plan statistic, din *ZIT* ale unor suduri cruciforme și în I de la două plăci ortotrope alese din producția de serie. Au fost considerați factorii : tipuri diferite de suduri, grosimi diferite de tablă, locuri diferite în placă și poziții diferite de prelevare în lungul aceleiași cusături. După măsurători a fost testată statistic [5], [6] influența fiecărui factor, găsindu-se că valorile rezilienților nu diferă semnificativ între ele. Din acest motiv s-au putut calcula medii consistente ale rezilienței pentru fiecare placă rezultînd, pentru *KV* în *ZIT* la −30° C valorile :

$29{,}0 \pm 0{,}86$ mkgf/cm² la placa B VIII C

$27{,}6 \pm 0{,}55$ mkgf/cm² la placa A'VII C.

Limitele calculate corespund unei confidențe a mediei de 95%. Se vede că, la −30° C reziliența în ZIT a oțelului *PD* este excelentă, fiind ca nivel mai mare decît cea a oțelului nesudat. Aceasta confirmă comportarea bună la sudare a oțelului *PD*, fapt ce a rezultat și din cercetările anterioare.

În concluzie se poate afirma că oțelul *PD* are o excelentă comportare la sudare, pentru că plasticitatea în zona influențată termic se menține ridicată. Faptul este atestat de următoarele :

— Tendința spre fisurare de cristalizare și întîrziată redusă ; pentru grosimi peste 15 mm o preîncălzire locală în jur de 100° C elimină orice risc de fisurare.

— Duritatea sub cordon este mult sub limitele acceptate pe plan mondial; se poate garanta că pentru orice tip de sudură, duritatea maximă în zona influențată termic nu depășește 320 HV 10.

— Unghiul de încovoiere statică pe epruvete în I este peste valoarea de 20°, minimă admisă.

— Reziliența pe epruvete Charpy V cu fundul crestăturii în zona influențată termic, măsurată la −30° C are valori ridicate; se poate garanta pentru orice tip de îmbinare o reziliență peste 12 mkgf/cm².

4. Îmbătrînirea tensotermică este un fenomen ce poate să se manifeste în suduri fiindcă acolo apar încălziri și deformări plastice locale. Cercetări anterioare [7] au arătat că tendința spre îmbătrînire, notată în continuare cu T_i, se poate testa cel mai bine cu epruvete de reziliență Mesnager (KU). În studiul comparativ făcut, epruveta KU, s-a dovedit a fi mai sensibilă decît epruveta Charpy V și DVM. De aceea, în cercetarea T_i la oțelul PD, am folosit epruveta KU și temperatura de determinare +20° C. În planul statistic de experimentare am considerat factorii:

— deformarea plastică la rece δ cu nivelele: 2, 5 și 10%;

— temperatura de încălzire după deformarea plastică la rece cu nivelele: 200, 300 și 400° C;

— durata încălzirii d cu nivelele: 0,5; 1,0 și 1,5 ore.

Pentru fiecare din cele 27 tratamente definite de δ, ϑ și d am încercat cîte cinci epruvete de reziliență, astfel că totalul epruvetelor încercate

Tabela 7

Parametrii comportării metalurgice la sudare garantați valoric la oțelul *PD*

		Mărimea	δ_0 %		
			2	5	10
ϑ °C	200	KU	18,40±0,53	18,00±0,42	18,10±0,79
		T_i	0,750	0,753	0,738
	300	KU	18,50±0,44	17,80±0,66	18,50±0,89
		T_i	0,753	0,724	0,735
	400	KU	20,00±0,78	17,60±0,51	19,00±0,57
		T_i	0,815	0,718	0,775

a fost $27 \times 5 = 135$. În afară de aceasta s-a determinat și reziliența în stare neîmbătrînită, notată cu KU_0, pe 30 epruvete:

$$KU_0 = 24{,}5 \pm 0{,}9 \text{ mkgf/cm}^2$$

Tabela 8

Valori garantate la oțelul *PD*	Valori recomandate în prescripții, recomandări și norme internaționale
Compoziția chimică	
$c \leqslant 0{,}18$	$\leqslant 0{,}22\%$ [1] [2] [3]
Σ elementelor de aliere $\leqslant 3{,}0\%$	$\leqslant 5{,}0\%$ [1]
P și S fiecare $\leqslant 0{,}035\%$	$\leqslant 0{,}035\%$ [1] și $\leqslant 0{,}040\%$ [2]
* $C_e \leqslant 0{,}45\%$	$\leqslant 0{,}45\%$
Însușiri mecanice în stare nesudată	
$\sigma_c \geqslant 36$ kgf/mm²	$\geqslant 36$ kgf/mm² la oțelul HT-50
$\sigma_r \geqslant 50$ kgf/mm²	—
$\delta_5 \geqslant 28\%$	$\geqslant 25\%$ la oțelul HT-50
KV la $-30°$ C $\geqslant 6$ mkgf/cm²	$\geqslant 6$ mkgf/cm² la $-15°$ C la oțelul HT-50
Comportarea metalurgică la sudare	
Tendință spre fisurare redusă;	preîncălzire între 50 și 150° C la
la grosimi de 20 mm și peste	oțelul HT-50
preîncălzire pînă la 120° C	
HM $\leqslant 320$ HV 10	$\leqslant 350$ [2]; $\leqslant 430$ [1]
$\alpha \geqslant 20°$	$\geqslant 20°$ [4]
KV la $-30°$ C în *ZIT* $\geqslant 12$ mkgf/cm²	$\geqslant 3{,}5$ [2]; $\geqslant 6{,}0$ [1]
$T_i \geqslant 0{,}7$	$\geqslant 0{,}5$

* $C_e = C + \frac{Mn}{6} + \frac{V}{5} + \ldots$ recomandat de [2] la aprecierea necesității precauțiilor speciale la sudare.

T_i s-a apreciat cu raportul:

$$T_i = \frac{KU}{KU_0}$$

a cărui valoare critică s-a admis a fi de 0,5.

După încercarea epruvetelor îmbătrînite artificial s-a testat semnificaţia celor trei factori şi s-a văzut că *d* nu este semnificativ. Ca urmare el a fost eliminat şi s-au calculat medii consistente pentru toate nivelele lui *d*. Ceilalţi factori δ şi ϑ au fost semnificativi. S-au obţinut valorile arătate în tabela 7, unde s-a calculat şi T_i. Se vede că T_i este mult mai mare decît 0,5 şi deci tendinţa spre îmbătrînire a oţelului *PD* este redusă.

În concluzie oţelul *PD* are o tendinţă spre îmbătrînire redusă, se poate garanta că T_i este mai mare decît 0,7.

5. Din cercetarea comportării metalurgice la sudare a oţelului *PD* au rezultat următoarele concluzii:

— Oţelul *PD* se încadrează în clasa oţelurilor slab aliate cu rezistenţă mare, fiind de tipul *non QT.*

— Conform clasificării oţelurilor pentru structuri sudate recomandată de Institutul Internaţional de Sudură (*IIS*), oţelul *PD* face parte din clasa *E* şi deci se poate folosi la construcţiile sudate cele mai pretenţioase.

— Din punctul de vedere al comportării metalurgice la sudare, oţelului *PD* i se pot garanta parametrii caracteristici conform celor arătate în tabela 8. Tot în această tabelă sînt date valorile garantate cerute pe plan mondial.

— Din compararea valorilor garantate la oţelul *PD* cu valorile cerute a fi garantate în prescripţii internaţionale rezultă că: *oţelul PD satisface cele mai exigente prescripţii şi este asemănător oţelului HT-50, avînd caracteristici egale sau superioare acestuia.*

Primit la redacţie la data de 11 octombrie 1970

BIBLIOGRAFIE

1. * * * *Oţeluri slab aliate cu rezistenţă mare sudabile.* Doc. IIS IX — 673 — 70.
2. * * * *Clasificarea oţelurilor pentru structuri sudate.* Doc. IIS IX — 704 — 70.
3. Б. С. Касаткин, В. Ф. Мусиянченко, *Низколегированные высокопрочные стали для сварных конструкций.* Автоматическая сварка, 7 (1966).
4. C. E. Jackson, G. G. Luther, *Weldability tests of carbon-manganese steels.* The Welding Journal, 19 (1940).
5. B. Ostle, *Statistics in research.* The Iowa State University Press, 1969.
6. R. Cavé, *Le control statistique de la production.* Eyrolls, Paris, 1966.
7. T. Sălăgean, H. Selmereanu, *Fenomene la îmbătrînirea oţelurilor.* St. cerc. met., *1* (1970).

CONTRIBUȚII LA STUDIUL INFLUENȚEI PRELUCRĂRII SUPRAFEȚEI ASUPRA COROZIUNII OȚELULUI TIP 1 × 18 H10 T ÎN APĂ LA TEMPERATURĂ RIDICATĂ*)

GALINA MÎNDRU, ELENA POPESCU, A. ZUDA
Institutul de Fizică Atomică București
CORINA BUCĂLOIU
Centrul de cercetări și proiectări cazane București

Lucrarea tratează problema comportării la coroziune a oțelului tip 1 × 18 H 10 T în apă la temperatura de 300° C și presiunea 87 atm., în funcție de modul de prelucrare a suprafeței.
Se prezintă aparatura și tehnica experimentală folosită, precum și rezultatele cercetărilor efectuate. Se arată că după o perioadă de 1 026 ore încercări de coroziune în regim static, cea mai bună stabilitate la coroziune o prezintă probele polisate electrolitic.
Modificarea redusă a valorilor proprietăților mecanice constatată pe probe neprelucrate, demonstrează că oțelul 1 × 18 H 10 T nu prezintă tendință spre coroziune intercristalină.
Toate probele, indiferent de starea inițială a suprafeței se încadrează în clasa de stabilitate II din scara rezistenței la coroziune a metalelor.

1. INTRODUCERE

Este cunoscută importanța care o prezintă pentru construcția reactorilor energetici răciți cu apă, cunoașterea comportării la coroziune în apă la temperaturi și presiuni ridicate, a diferitelor materiale structurale.

Normele regimului de apă pentru centralele atomo-energetice propun un conținut admisibil de produși de coroziune în apa circuitului primar, în cantitate de $\leqslant 1{,}5$ mg/l [1]. Pentru a menține această valoare, este necesară utilizarea unor materiale cu o bună rezistență la coroziune în apă la temperaturi ridicate.

Oțelurile inoxidabile austenitice Fe—Cr—Ni se remarcă atît printr-o bună rezistență la coroziune, cît și prin proprietăți mecanice superioare. Aceste oțeluri constituie materialul de bază pentru construcția schimbătorilor de căldură, a cuvelor și conductelor necesare circuitelor de răcire.

*) Lucrare efectuată în cadrul contractului de colaborare tehnico-științifică nr. 12667/22.09.69 între I.F.A.—M.I.M.C.M.—C.C.P.C.

Rezistența la coroziune a oțelurilor este influențată de numeroși factori interni și externi.

Dintre factorii interni, o contribuție apreciabilă asupra coroziunii o prezintă calitatea prelucrării suprafeței, întrucît o suprafață neomogenă favorizează apariția microelementelor galvanice, desprinderea peliculei de oxizi și trecerea produșilor de coroziune în sistem.

Literatura de specialitate citează numeroase lucrări care tratează diferite aspecte privind problema influenței prelucrării suprafeței asupra rezistenței la coroziune a oțelurilor inoxidabile [1]—[5]. Lucrările amintite însă tratează diferite aspecte ale problemei în condiții de lucru diferite; multe aspecte ca cele privind modificarea proprietăților mecanice, determinarea grosimii peliculei de oxid, modificarea proprietăților agentului coroziv, rămînînd incomplet elucidate.

Scopul lucrării de față este studiul influenței prelucrării suprafeței asupra coroziunii oțelului tip 1×18H10T în apă, la temperatură și presiune ridicată.

2. TEHNICA EXPERIMENTALĂ

2.1. Aparatura

Experimentările au fost efectuate într-o autoclavă de 2 l capacitate (fig. 1).

Corpul autoclavei este executat din oțel inoxidabil aliat cu crom și nichel. Etanșarea capacului față de corp se face direct metal pe metal, prin îmbinări conice, fără garnituri de etanșare. Autoclava este prevăzută cu racorduri pentru introducerea unor substanțe gazoase în spațiul de lucru, precum și pentru prelevat probe de lichid din interior.

Un cuptor cu rezistență electrică realizează încălzirea la temperatura dorită.

Temperatura se măsoară prin intermediul unui termocuplu fier-constantan. Presiunea dorită se realizează prin încălzirea autoclavei și se măsoară cu un manometru.

Reglarea automată a temperaturii se realizează cu ajutorul unui releu trifazic comandat de un milivoltmetru termoregulator.

În partea centrală a autoclavei se montează suportul pentru probe (fig. 2).

2.2. Modul de lucru

Experimentările s-au efectuat în condiții statice, în apă la temperatura de 300° C și presiunea de 87 atm., timp de 1026 ore.

S-a utilizat apă deionizată și nedegazată cu următoarele caracteristici: pH = 7—7,4; conductivitate = 0,4 μScm^{-1}; conținut de O_2 = = 7—8 ml/l.

Pentru a putea studia diferite aspecte ale influenței prelucrării suprafeței și pentru a avea o imagine statistică a procesului de coroziune, s-a folosit un număr relativ mare de probe (22 buc.).

În scopul prevenirii coroziunii de contact probele au fost montate pe un suport special construit, astfel încît să se evite atît contactul între ele, cît și contactul între probe și autoclavă.

La anumite intervale de timp, probele au fost scoase din autoclavă, uscate și cîntărite, iar soluția înlocuită. Această operație s-a făcut în scopul determinării cineticii de creștere a peliculei de oxid pe probe.

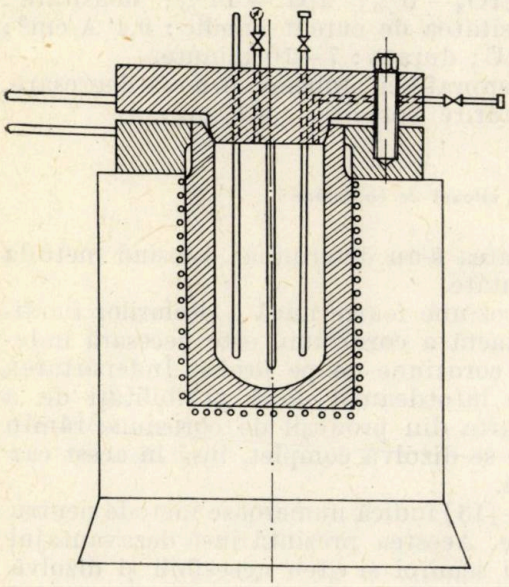


Fig. 1. — Autoclavă pentru încercări de coroziune în sistem static.

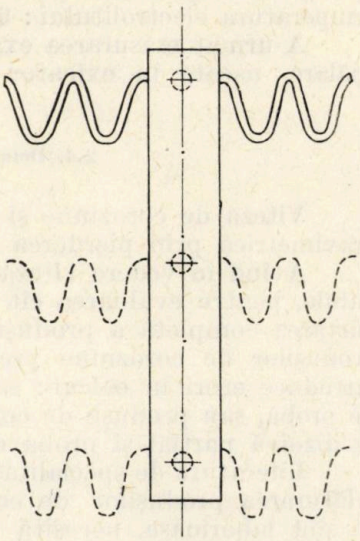


Fig. 2. — Suport pentru probe.

2.3. **Pregătirea probelor**

Pentru încercările de coroziune s-au utilizat oțelul inoxidabil austenitic de tip 1X 18 H 10 T cu următoarea compoziție chimică : C = 0,1%; Mn = 0,99%; Si = 0,87%; P = 0,027 %; S = 0,007; Cr = 17,92%; Ni = 9,72%; Ti = 0,58%.

Probele s-au confecționat din tablă laminată de 1 mm grosime, prin tăiere cu freza, astfel încît să se reducă la minimum suprafețele ecruisate. Muchiile probelor au fost șlefuite pe hîrtie abrazivă pentru îndepărtarea stratului ecruisat.

S-au executat probe de formă dreptunghiulară cu dimensiunile : 20 × 10 × 1 mm. De asemenea s-au executat epruvete speciale pentru încercări mecanice (fig. 4).

Pentru a studia influența tensiunilor interne asupra rezistenței la coroziune în apă, o probă a fost tensionată la tracțiune (alungire 17%).

După executarea probelor a urmat operația de degresare cu solvenți organici (acetonă, benzen) și spălarea cu apă bidistilată.

În scopul cercetării influenței stării suprafeței probelor asupra vitezei de coroziune, acestea au fost supuse unor prelucrări diferite:

— prelucrare mecanică pe hîrtie abrazivă pînă la nr. 600;

— prelucrare mecanică pe hîrtie abrazivă, urmată de șlefuire pe postav, folosind ca abraziv alumină;

— polisare electrolitică;

Polisarea electrolitică s-a făcut în următoarele condiții: electrolit: H_3PO_4 — 65%; H_2SO_4 — 15%; CrO_3 — 6%; apă — 14%; densitate: 1,74 g/cm^3; catod din plumb; densitatea de curent anodic: 0,4 A/cm^2; temperatura electrolitului: 65—70° C; durata: 7—10 minute.

A urmat măsurarea exactă a suprafeței probelor, o nouă degresare, spălare, uscare în exicator și cîntărire (precizie $\pm$0,1 mg).

2.4. Determinarea vitezei de coroziune

Viteza de coroziune și penetrarea s-au determinat folosind metoda gravimetrică prin pierderea în greutate.

Avînd în vedere viteza de coroziune foarte mică a oțelurilor inoxidabile, pentru evaluarea cît mai exactă a coroziunii, este necesară îndepărtarea completă a produșilor de coroziune de pe probe. Îndepărtarea produșilor de coroziune presupune întotdeauna două posibilități de a introduce erori în calcul: sau o parte din produșii de coroziune rămîn pe probă, sau produșii de coroziune se dizolvă complet, însă în acest caz se dizolvă parțial și proba de bază.

Literatura de specialitate [6]—[13] indică numeroase metode pentru înlăturarea produșilor de coroziune. Acestea prezintă însă dezavantajul că sînt laborioase, necesită reactivi scumpi și greu accesibili și dizolvă parțial metalul de sub oxid care nu este luat în considerare în calculul vitezei de coroziune.

În lucrarea de față eliminarea produșilor de coroziune s-a făcut pe cale chimică folosind o soluție pe bază de acid sulfuric și clorhidric. Prin metoda folosită se dizolvă complet produșii de coroziune și parțial metalul de sub peliculă. Cantitatea de metal trecut în soluție se determină prin captarea hidrogenului degajat la dizolvarea metalului în acizi. În acest mod se poate determina exact pierderea de greutate a metalului în timpul procesului de coroziune.

Viteza de coroziune s-a determinat folosind formula:

$$K^- = \frac{G_0 - (G_1 + G_2)}{S \cdot \tau}$$

unde

K^- — viteza de coroziune, g/m^2, h;
G_0 — greutatea inițială a probei, g;
G_1 — greutatea probei după îndepărtarea produșilor de coroziune, g;
G_2 — greutatea metalului, dizolvat în timpul îndepărtării produșilor de coroziune, g;
S — suprafața probei, m^2;
τ — timpul de experimentare, ore.

Pentru calculul penetrării s-a utilizat formula:

$$P = 8{,}76\frac{K^-}{\gamma}$$

unde

P = penetrarea, mm/an;
K^- = viteza de coroziune, g/m^2.h;
γ = greutatea specifică a materialului, g/cm^3.

3. REZULTATE EXPERIMENTALE

Evaluarea coroziunii s-a făcut prin:
— determinarea vitezei de coroziune folosind metoda gravimetrică prin pierderea în greutate;
— determinarea modificării proprietăților mecanice;
— determinarea modificării proprietăților agentului coroziv;
— studii metalografice.

3.1. Evaluarea coroziunii prin metoda gravimetrică

În tabela 1 se arată vitezele de coroziune determinate pentru probe cu diferite stări de prelucrare a suprafeței.

Tabela 1

Rezultatele încercărilor la coroziune efectuate pentru oțelul 1 × 18 H . 10 T în apă deionizată la temperatura de 300 °C și presiunea de 87 atm.; încercări statice în autoclavă

Prelucrarea suprafeței probelor	Viteza de coroziune g/m^2, h	Penetrare mm/an	Clasa de stabilitate
Polisare electrolitică	0,00381	0,0044	II
Polisare mecanică pe postav	0,00420	0,00466	II
Polisare mecanică pe hîrtie abrazivă, nr. = 600	0,00691	0,00769	II
Neprelucrate	0,00770	0,00857	II

Se constată după 1026 ore menținere în autoclavă la 300° C și 87 atm., că toate probele, indiferent de starea inițială a suprafeței, se încadrează în clasa de stabilitate II din scara rezistenței la coroziune a metalelor [14]. Deci, în condițiile arătate, se menține rezistența foarte bună la coroziune a oțelului 1 × 18 H 10 T.

Probele polisate electrolitic au cea mai bună rezistență la coroziune, după acestea urmînd în ordine descrescîndă, probele polisate mecanic pe postav și cele polisate pe hîrtie abrazivă Nr. 600.

Probele neprelucrate prezintă cea mai mare viteză de coroziune, creşterea faţă de cele polisate electrolitic fiind de 102%.

Viteza de coroziune a oţelurilor inoxidabile este foarte mică, însă în condiţiile de exploatare a reactorilor nucleari, ţinînd seama de suprafeţele mari care intră în contact cu mediul agresiv, este evident pericolul pe care-l prezintă produşii de coroziune care trec în sistem. Aceştia favorizează descompunerea radiolitică a apei şi formează aglomerări pe elementele combustibile, dînd naştere la zone de coroziune locală.

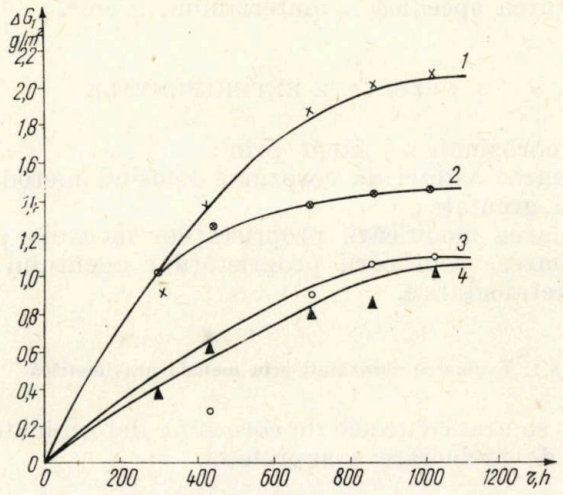


Fig. 3. — Creşterea în greutate a probelor din oţel tip 1 × 18 H 10 T în funcţie de timp:
1 — probe cu suprafaţa neprelucrată; *2* — probe cu suprafaţa polisată pe hîrtie abrazivă nr. 600; *3* — probe cu suprafaţa polisată mecanic pe postav; *4* — probe cu suprafaţa polisată electrolitic.

Determinarea cantităţii de metal trecut în soluţie pentru probele experimentate s-a făcut, scăzînd din pierderea de greutate calculată după scoaterea peliculei de oxid, cantitatea de metal conţinut în oxidul aderent pe probă. Rezultatele sînt următoarele:

— probe polisate electrolitic — 0,367 g/m²;
— probe polisate mecanic pe postav — 0,550 g/m²;
— probe polisate pe hîrtie abrazivă nr. 600 — 1,760 g/m²;
— probe neprelucrate — 1,505 g/m².

Se constată o bună comportare a suprafeţelor polisate electrolitic.

În scopul evidenţierii cineticii de creştere a peliculei de oxid, în sensul experimentărilor efectuate, după anumite intervale de timp, probele au fost scoase din autoclavă, uscate şi cîntărite.

Creşterea de greutate în funcţie de timp este reprezentată în figura 3.

Funcţia $\Delta G^{+} = f(\tau)$ la început are un caracter aproape liniar şi treptat capătă o formă corespunzătoare unei funcţii parabolice.

Curbele *3* şi *4* arată că pentru oţelul tip 1 × 18 H 10 T, atît polisarea electrolitică cît şi cea mecanică pe postav, conduc la formarea unor pelicule protectoare asemănătoare. Fenomenul se explică din punct de

vedere teoretic prin faptul că suprafața oțelului 1 × 18 H 10 T polisată mecanic pe postav, se pasivează foarte repede în apă și rezistă bine la coroziune; deci, efectul omogenității electrochimice maxime poate fi realizat prin ambele moduri de polisare.

3.2. Modificarea proprietăților mecanice

Evaluarea coroziunii prin determinarea modificării proprietăților mecanice ale materialelor după acțiunea agentului coroziv, prezintă o importanță deosebită.

O încercare importantă pentru determinarea proprietăților mecanice este încercarea la tracțiune, deoarece prin aceasta se determină atît rezistența la rupere, cît și deformarea. La o coroziune uniformă, micșorarea rezistenței la tracțiune și a alungirii sînt neînsemnate. În cazul cînd materialul prezintă tendință spre coroziune intercristalină, proprietățile mecanice amintite scad brusc, ceea ce denotă că materialul încercat nu poate fi folosit în mediul respectiv.

În prezenta lucrare, epruvetele necesare încercării la tracțiune au fost executate conform normei A 03—160 (Franța) (fig. 4). Epruvetele s-au folosit în stare neprelucrată.

Comportarea la tracțiune a oțelului 1 × 18 H 10 T înainte și după încercarea la coroziune este reprezentată prin diagramele din figurile 5 și 6, care arată relația între tensiunea aplicată asupra epruvetei și deformația lungimii de referință L_0.

Forma diagramei nu se modifică prin încercarea de coroziune, aceasta rămînînd caracteristică pentru materialele plastice. Se observă limita de curgere superioară și inferioară, o porțiune în care tensiunea maximă rămîne constantă și o parte descendentă, corespunzătoare gîtuirii.

Rezultatele încercării la tracțiune sînt redate în tabela 2.

Tabela 2

Rezultatele încercării la tracțiune înainte și după procesul de coroziune

Determinări	σ kgf/mm²	δ %	ψ %
Înainte de coroziune	66,8	36,6	46,2
După coroziune	64,8	35	42

unde:

$\sigma = \frac{F_{max}}{S_0}$ — rezistența la rupere (kgf/mm²);

$\sigma = \frac{\Delta l}{L_0}$ — alungirea specifică totală (%);

$\psi = \frac{\Delta S}{S_0}$ — gîtuirea relativă la rupere (%).

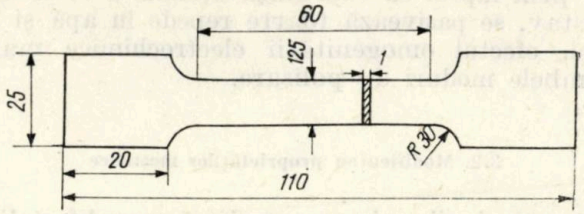


Fig. 4. — Epruvetă pentru încercări de tracțiune.

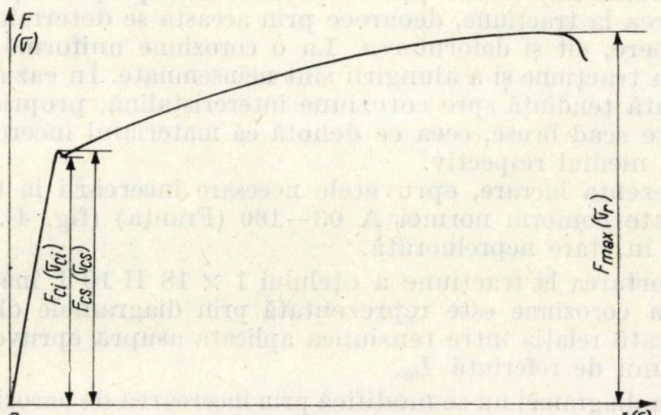


Fig. 5. — Curba tensiune — deformație pentru oțel tip 1 × 18 H 10 T înainte de coroziune

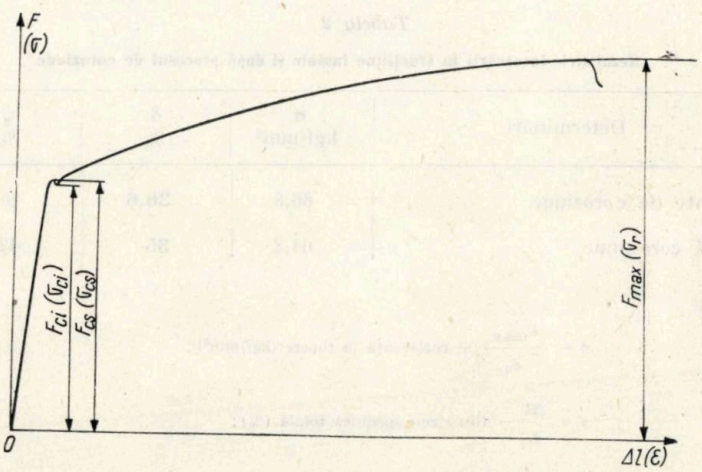


Fig. 6. — Curba tensiune-deformație pentru oțel tip 1 × 18 H 10 T după încercarea la coroziune.

Fig. 7. — Probă polisată pe hîrtie nr. 240, tensionată la tracțiune (alungire 17%) și corodată; secțiune transversală, × 120:

1 — suport; *2* — foiță de Ag; *3* — pelicula de oxizi; *4* — proba.

Fig. 8. — Probă neprelucrată și corodată; secțiune transversală, × 120.

1 — suport; *2* — foiță de Ag; *3* — pelicula de oxizi; *4* — proba.

Fig. 9. — Probă polisată pe hîrtie abrazivă nr. 600 și corodată ; secțiune transversală, × 120.

1 — suport ; *2* — foița de Ag ; *3* — pelicula de oxizi ; *4* — proba.

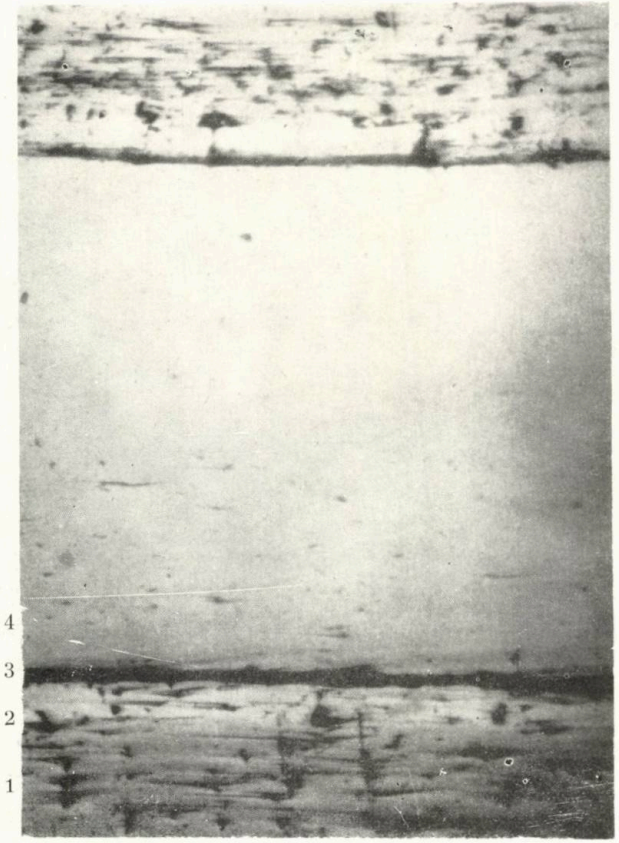


Fig. 10. — Probă polisată pe postav și corodată ; secțiune transversală, × 70 :

1 — suport ; *2* — foița de Ag ; *3* — pelicula de oxizi ; *4* — proba.

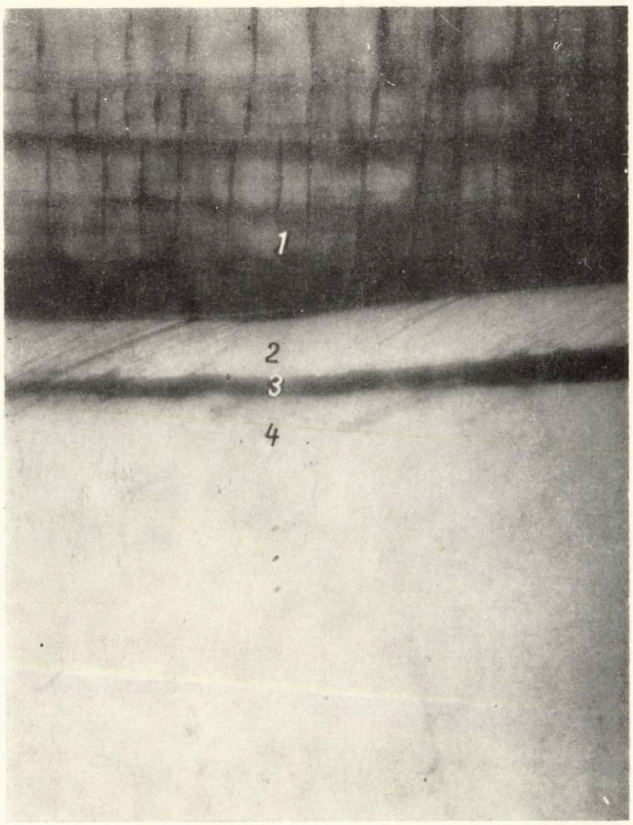


Fig. 11. — Probă polisată electrolitic şi corodată ; secţiunea transversală, × 120 :

1 — suport ; *2* — foiţa de Ag ; *3* — pelicula de oxizi ; *4* — proba.

Modificarea rezistenței la tracțiune se poate exprima prin relația:

$$K_\sigma = \frac{\Delta\sigma}{\sigma_0} 100\,\% = \frac{66{,}8 - 64{,}8}{66{,}8} 100 = 3\,\%$$

Scăderea alungirii specifice, respectiv a proprietăților plastice, se poate explica prin îmbătrînirea oțelului la menținerea în apă timp de 1026 ore la 300° C.

În general, scăderea proprietăților mecanice determinate mai sus, este mică și neesențială pentru exploatare.

3.3. Modificarea proprietăților agentului agresiv

Pe baza modificărilor agentului agresiv pot fi stabilite puncte de reper importante, referitoare la mărimea coroziunii.

În tabela 3 sînt redate modificările proprietăților agentului coroziv în timpul experimentărilor de coroziune.

Tabela 3

Modificarea proprietăților agentului coroziv

Etapele de lucru	I (după 311,5 h)		II (după 118,3 h)		III (după 269,9 h)		IV (după 162,3 h)		V (după 163,9 h)	
Caracteristicile apei	inițial	final	inițial	final	inițial	final	inițial	final	inițial	final
pH	7,2	5,4	7,2	6	7,2	5,9	7,0	6	7,4	5,9
Conductivitate $\mu S - cm^{-1}$	0,4	39,5	0,4	14	0,4	23,5	0,4	10	0,4	9,85

3.3.1. *Modificarea pH.* În condiții de temperatură și presiune ridicată (300° C, respectiv 87 atm.) în care s-a desfășurat procesul de coroziune, s-a observat, o scădere a valorii pH. Acidificarea mediului ar presupune o creștere pronunțată a vitezei de coroziune însă, aceasta este oarecum frînată datorită formării la temperatură ridicată a peliculelor protectoare de oxizi.

Deci în aceste condiții de temperatură și presiune, variația pH-ului nu influențează substanțial viteza de coroziune.

3.3.2. *Modificarea conductivității apei.* În experimentările efectuate s-a folosit o apă cu conductivitatea 0,4 $\mu S\ cm^{-1}$ (literatura indică conductivitatea apei $< 1\ \mu S.cm^{-1}$). S-a observat o creștere a conductivității în timpul fiecărei etape (I, II, III, IV, V) (tabela 3). Creșterea medie a conductivității este mai mare în etapa I (0,127 $\mu s.cm^{-1}/h$), față de următoarele etape (etapa V $= 0{,}06\ \mu S\ cm^{-1}$). Acest fenomen se explică prin formarea în faza incipientă a hidroxizilor neaderenți (în special hidroxidul de fier) care trec în soluție; în etapele următoare are loc formarea treptată a oxizilor aderenți care protejează suprafețele oțelului.

3.4. *Studii metalografice.* Pentru determinarea grosimii peliculei de oxid, probele au fost supuse unui examen metalografic.

În acest scop, probele corodate au fost şlefuite într-un plan perpendicular pe suprafaţa studiată. Pentru a proteja pelicula de oxizi, suprafaţa probei s-a acoperit cu o foiţă de argint, iar tot ansamblul s-a fixat într-un suport metalic.

Grosimea peliculei de oxizi s-a determinat din micrografiile probelor redate în figurile 7, 8, 9, 10 şi 11.

În toate cazurile de prelucrare se observă o peliculă de oxid uniformă şi aderentă.

Grosimea peliculei de oxid este redată mai jos :

— probă neprelucrată = 0,025 mm ;

— probă polisată pe hîrtie nr. 240 şi tensionată la tracţiune (alungire 17 %) = 0,0334 mm ;

— proba polisată pe hîrtie abrazivă nr. 600 = 0,025 mm ;

— probă polisată mecanic pe postav = 0,0143 mm ;

— probă polisată electrolitic = 0,016 mm.

Se observă că grosimea peliculei are valori identice pentru probele neprelucrate şi pentru cele polisate pe hîrtie abrazivă şi foarte apropiate pentru probele polisate pe postav şi cele polisate electrolitic.

Proba tensionată a suferit în porţiunea alungită o corodare mai intensă (0,0334 mm grosimea peliculei).

Atît la probele netensionate, cît şi la proba tensionată, nu s-a observat tendinţă spre fisurare.

Modificările structurale survenite în timpul proceselor de coroziune, necesită efectuarea unor studii mai ample care vor forma obiectul unei lucrări separate.

4. CONCLUZII

S-au efectuat experimentări privind coroziunea oţelului tip 1×18H10T cu scopul de a pune în evidenţă influenţa prelucrării suprafeţei metalului asupra vitezei de coroziune în apă deionizată şi nedegazată. Experimentările s-au efectuat în condiţii statice în autoclavă la 300° C şi 87 atm., durata fiind de 1026 ore.

S-au stabilit metodici pentru : pregătirea probelor, respectiv polisarea electrolitică, evaluarea coroziunii, precum şi determinarea grosimii peliculei de oxid.

S-a constatat că probele cu suprafaţa polisată electrolitic au rezistenţa cea mai bună la coroziune, după acestea urmînd probele polisate mecanic pe postav, pe hîrtie abrazivă nr. 600 şi cele neprelucrate.

S-au studiat proprietăţile mecanice înainte şi după coroziune şi s-a constatat o scădere redusă a rezistenţei la tracţiune şi a proprietăţilor plastice, ceea ce denotă absenţa tendinţei spre coroziune intercristalină.

Toate probele indiferent de starea iniţială a suprafeţei se încadrează în clasa de stabilitate II din scara rezistenţei la coroziune a metalelor.

Primit la redacţie la data de 8 octombrie 1970.

BIBLIOGRAFIE

1. M. A. Tolstaia, G. N. Gradusov, S. V. Bogatîreva, *Korrozia reactornih materialov*, Moscova, 1960, 167.
2. M. Kaesche, Corrosion, traizements, protection, finition, **15**, *8* (1967).
3. C. Ciucă, M. Teodorescu, Corrosion, traitements, protection, finition, **17**, *6* (1969).
4. V. V. Andreeva, A. I. Gluhova, *Problemî corrozii i zaşciti metalov*, Moscova, 1956.
5. G. G. Gaul, W. L. Pearl, Nuclear Science and Engineering, **17**, *30* (1963).
6. E. I. Korocikin, Izv. Vîsşih Ucebnîh zavedeni, **9**, 189—192 (1966).
7. * * * Patent, Germany East, 49—119 (cl. C 23 g), July 20, 1966.
8. S. A. Balezin, F. B. Glinkina, R. V. Frolova, *Vodnohimiceski rejim i vodopodgotovka na maşcinih*, K.A.S. i. T.A.Ţ., 445—451 (1965).
9. A. Rahmel, Werkst. Korrosion, **18** (*3*), 193—205 (1967).
10. * * * Patent, British, 1062.363 (cl. C 23 g), 22, III (1967).
11. * * * Patent, U.S. 3.308.065 (cl. 252—82), 7, III (1967).
12. * * * Patent, U.S. 304.246 (cl. 204—145), Febr. 14 (1967).
13. R. Fowler, D. I. Douglas, F. C. Zyses, *Corrosion of Reactor Structural Materials in High-Temperature Water-Descaling Methods*, Report KAPL-1198, Aug. 27, 1954.
14. I. E. Klinov, *Korrozia himiceskoi aparaturi i corrozionostoikie materiali*, Moscova, 1967.
15. Şt. Nădăşan, *Încercări şi analize de metale*, Edit. tehnică, Bucureşti, 1965.
16. * * * Norma A03—160, Franţa, 1965.
17. V. Akimov, *Théorie et methodes d'essais de la corrosion des métaux*, Paris, 1957.

DEGRADAREA CUMULATIVĂ A METALELOR PRIN SOLICITĂRI REPETATE

Stadiul actual al cercetărilor. Partea a II-a*)

D. CIOCLOV
Centrul de sudură şi încercări la oboseală, Timişoara

În lucrare se face o analiză a rezultatelor cercetărilor experimentale şi teoretice privind degradarea metalelor prin solicitări repetate.
În această parte a lucrării se expune definiţia riguroasă a conceptului fenomenologic de degradare, în formularea dată de autor şi se face o prezentare critică a criteriilor fenomenologice de degradare cunoscute. Se analizează ipotezele care stau la baza acestor criterii precum şi concordanţa lor cu experienţă. S-a conclus că un nou criteriu de degradare cumulativă propus de autor este într-o mai bună concordanţă cu experienţa decît criteriile analizate şi oferă posibilităţi pentru dezvoltarea unor noi metode practice de calcul, mai economice, mai sigure şi cu caracter de largă aplicabilitate.
În final se analizează perspectivele dezvoltării criteriilor de degradare cumulativă, pe linia integrării aspectelor fenomenologice, probabiliste şi fizice într-o interpretare mică.

1. DEFINIREA DEGRADĂRII CUMULATIVE ÎN SENS FENOMENOLOGIC

În general, metoda fenomenologică abordează studiul evoluţiei proceselor al căror mecanism esenţial se desfăşoară la nivelul structurii fundamentale (atomi, molecula etc.), prin urmărirea efectelor globale măsurabile la nivel macroscopic.

Evoluţia degradării la nivel macroscopic poate fi descrisă în termeni cantitativi, dacă, se pot asocia stărilor evolutive de degradare parametrii de stare în corespondenţă biunivocă; adică, la stări de degradare echivalente să corespundă parametrii egali de stare.

O primă încercare de definire riguroasă a conceptului fenomenologic de degradare a fost făcută de Newmark (1952), iar Bastenaire (1956) a introdus conceptul stărilor de solicitare echivalente din punctul de vedere al degradării prin solicitări repetate.

Autorul acestei lucrări, introducînd noţiunea de stare de degradare prin solicitări repetate şi de spaţiu al stărilor de degradare, ca fiind mul-

*) Partea I s-a publicat în nr. 2/1970.

St. cerc. metalurg., Tom. 16, Nr. 1, 1971, p. 87–109

ţimea tuturor stărilor de degradare posibile, a dat o definiţie riguroasă noţiunii fenomenologice de degradare cumulativă (Cioclov 1968; 1969).

Notînd în continuare cu S_{ij} starea de degradare indusă de o solicitare (σ_i, n_{ij}), atunci două stări de degradare S_{ij} şi S^e_{0j} — ultima fiind indusă de solicitarea (σ_0, n^e_{0j}) — sînt echivalente, dacă la o solicitare subsecventă la nivelul σ_0 de referinţă se înregistrează aceeaşi durabilitate

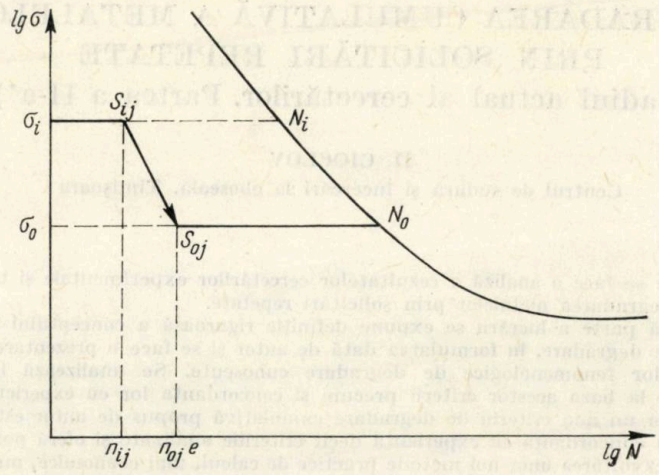


Fig. 1. — Schema echivalării stărilor de degradare.

pînă la rupere. Echivalenţa dintre două stări de degradare se va nota

$$S_{ij}\,(\sigma_i, n_{ij}) \sim S^e_{0j}\,(\sigma_0, n^e_{0j}). \tag{1}$$

Postulînd simetria, reflexivitatea şi tranzitivitatea relaţiei (1) — proprietăţi care sînt confirmate de experienţă — rezultă că (1) este o relaţie de echivalenţă în mulţimea stărilor de degradare.

Existenţa relaţiei de echivalenţă (1) implică existenţa unei desfaceri unice a spaţiului stărilor de degradare $\{S_{ij}\}$ în clase de echivalenţă disjuncte A_j. Deoarece în (1) σ_0 este constant, rezultă că fiecărei clase de echivalenţă A_j îi corespunde o valoare unică n^e_{0j} deci şi o valoare unică a durabilităţii remanente la nivelul σ_0, egală cu $(N_0 - n^e_{0j})$ (*fig. 1*). Se stabileşte în acest mod prin intermediul unei funcţii f o corespondenţă biunivocă între mulţimea claselor de echivalenţă $\{A_j\}$ şi mulţimea durabilităţilor remanente $\{N_0 - n^e_{0j}\}$:

$$f: \{A_j\} \leftrightarrow \{(N_0 - n^e_{0j})\}. \tag{2}$$

Se pune astfel în evidenţă că stările de degradare cuprinse în aceeaşi clasă de echivalenţă nu se deosebesc în încercările ulterioare pînă la rupere efectuate la nivelul σ_0. Pe această bază se poate da o definiţie riguroasă noţiunii fenomenologice de degradare prin solicitări repetate:

Stările care aparţin aceleaşi clase de echivalenţă sînt în acelaşi stadiu de degradare prin solicitări repetate.

Prin corespondenţa biunivocă (2) rezultă că mulţimea durabilităţilor remanente $\{(N_0 - n^*_{0j})\}$ este un parametru de degradare.

De asemenea, orice parametru în corespondenţă biunivocă cu $\{(N_0 - n^*_{0j})\}$ se poate constitui ca parametru de degradare. Extinderea acestei definiţii în sens probabilist pentru a ţine seama de aspectul aleator al ruperii prin solicitări repetate a fost dat de autor (Cioclov 1969).

În continuare se vor expune criteriile fenomenologice de degradare cunoscute, evidenţiindu-se parametrii de degradare consideraţi ca determinanţi, funcţiile de variaţie ale acestora în raport cu parametrii de solicitare şi concordanţa predicţiei teoretice a durabilităţilor în raport cu experienţa.

2. CRITERIILE FENOMENOLOGICE LINIARE DE DEGRADARE

Cel mai cunoscut criteriu fenomenologic de degradare, propus independent în forme similare de Palmgren (1924), Langer (1937) şi Miner (1945) postulează că parametrul de degradare δ_i, care exprimă degradare aferentă unui ciclu de solicitare, la nivelul σ_i, este o constantă. Dacă durabilitatea la nivelul σ_i este N_i atunci degradarea constantă pe ciclu va fi

$$\delta_i = \frac{1}{N_i}. \tag{3}$$

Pentru n_{ij} cicluri de solicitare la nivelul σ_i degradarea corespunzătoare rezultă prin multiplicarea degradării constante pe ciclu δ_i

$$\delta_{ij} = n_{ij}\,\delta_i = \frac{n_{ij}}{N_i}. \tag{4}$$

La limită pentru solicitări cu amplitudine constantă în starea nedegradată $n_{ij} = 0 \Rightarrow \delta_{ij} = 0$ iar la rupere $n_{ij} = N_i \Rightarrow \delta_{ij} = 1$.

Dacă solicitarea la un nivel constant al amplitudinii de solicitare survine în j secvenţe ($j = 1 \ldots r$) atunci degradarea la acest nivel va fi

$$\sum_{j=1}^{r} \frac{n_{ij}}{N_i} = \frac{n_i}{N_i} \quad ; \quad n_i = \sum_{j=1}^{r} n_{ij} \tag{5}$$

şi mai departe, dacă la solicitarea repetată pînă la rupere amplitudinile variază discontinuu între nivelele $i = 1 \ldots q$ atunci :

$$\sum_{i=1}^{q} \frac{n_i}{N_i} = 1. \tag{6}$$

Dacă amplitudinile au o variaţie continuă atunci la rupere se îndeplineşte condiţia

$$\int_0^{N_r} \frac{dn}{N} = 1, \tag{7}$$

unde $n = H(\sigma) - H$ fiind funcţia frecvenţelor cumulate caracteristică spectrului de solicitare.

Relaţiile (6) şi (7) exprimă analitic criteriul de degradare cunoscut astăzi sub denumirea de criteriul Palmgren-Langer-Miner (*PLM*).

Aşa cum rezultă din relaţiile (6) şi (7) criteriul *PLM* are un caracter liniar în raport cu numărul ciclurilor de solicitare. Pentru estimarea durabilităţilor este necesară numai cunoaşterea funcţiei $H(\sigma)$ care caracterizează solicitarea cu amplitudini variabile şi parametrii curbei de durabilitate a materialului nedegradat. Această particularitate conferă criteriul *PLM* simplitate în aplicaţii numerice şi posibilităţi largi de aplicare la orice spectre de solicitare.

Pyne (1961); Marsh (1964) şi Oxfort (1969) au aplicat criteriul *PLM* pentru predicţia durabilităţilor în cazul solicitărilor programate cu amplitudini variabile discontinuu în blocuri iar Miles (1954); Chilver (1954); Eggwertz (1956); Head şi Hooke (1956) şi Hillberry (1968) l-au aplicat pentru predicţia durabilităţilor în cazul solicitărilor cu spectre aleatoare.

Locati (1955) (1959); Corten ş.a. (1954); Bastenaire ş.a. (1956); Ferro şi Rossetti (1956) şi Safta şi Bernath (1963) au utilizat criteriul *PLM* pentru stabilirea unor noi metode de încercare prescurtată pentru determinarea limitei de oboseală.

Pentru verificarea criteriului *PLM* s-au efectuat numeroase studii experimentale din ale căror rezultate se pot detaşa următoarele concluzii, acceptate în prezent de majoritatea cercetătorilor din acest domeniu:

a) la un nivel constant al amplitudinilor de solicitare degradarea pe ciclu nu este constantă (Bennett 1946; Newmark 1952; Wilkins 1956);

b) există un efect al ordinei de aplicare clar evidenţiat de încercările cu amplitudini cu o singură discontinuitate. Astfel, dacă se aplică mai întîi amplitudinea mare de solicitare şi apoi cea mică, suma (6) este mai mică decît unitatea iar cînd se inversează ordinea de aplicare aceeiaşi sumă este mai mare decît unitatea (Kommers 1938; Müller-Stock ş.a. 1938; Bennett 1946; Şasin 1951; Grover ş.a. 1951; Levy 1955; Eriksen şi Work 1961; Manson ş.a. 1961; Cioclov 1969);

c) într-un spectru de solicitare la care solicitările la nivele mari alternează cu cele la nivele mici, primele produc o degradare mai accentuată, ilustrată prin faptul că suma (6) este mai mică decît unitatea (Dolan ş.a. 1949; Corten şi Dolan 1956; Gassner şi Schütz 1961; Gassner ş.a. 1964);

d) în domeniul solicitărilor plastice repetate (domeniul oligociclic) rezultatele experimentale indică în general o concordanţă cu criteriul *PLM* (Gross şi Stout 1955; Low 1955; D'Amato 1960; Gücer 1961; Johnson ş.a. 1965). Totuşi rezultatele mai recente obţinute în condiţii de experimentare mai elaborate şi cu un număr mai mare de epruvete

indică un efect al ordinei de aplicare a solicitărilor (Sachs şi Weiss 1962 ; Weiss ş.a. 1962 ; Ohji ş.a. 1966 ; Topper ş.a. 1969).

În privinţa amplitudinilor de tensiune din spectru de solicitare, mai mici decît limita iniţială de oboseală, criteriul *PLM* nu poate să le cuprindă. În aceste condiţii criteriul *PLM* apare ca neacoperitor în calculele de dimensionare, eroarea în aprecierea durabilităţii putînd să fie de cinci ori la încercările programate şi de 3—25 ori la încercările cu spectre aleatoare (Marsh 1965, 1968 a). Această situaţie a generat un interes sporit pentru elaborarea unor noi criterii care să reflecte adecvat comportarea metalelor la solicitări repetate.

Pentru îmbunătăţirea predicţiei bazate pe criteriul *PLM* s-a căutat să se stabilească domeniul de valabilitate al acestui criteriu.

Astfel Swanson (1961) consideră că însumarea liniară după relaţia (6) reflectă comportarea reală numai într-o zonă mijlocie a curbei de durabilitate. În zonele amplitudinilor mari de tensiune şi al celor din zona limitei de oboseală, degradarea apare ca fiind o funcţie de putere a raportului ciclurilor : $\left(\frac{n_i}{N_i}\right)^{d_i}$. Aplicarea acestei metode presupune cunoaşterea pentru fiecare material, pe bază de încercări, a exponenţilor d_i — pentru cele două zone unde nu este valid criteriul *PLM*.

Deoarece şi delimitarea părţilor din spectru care aparţin celor trei zone postulate de autorul acestei ipoteze este dificilă, apare clar de ce această propunere nu şi-a găsit o aplicabilitate practică. Grover (1960) urmînd aceiaşi ideie a sugerat că aplicarea criteriului *PLM* în două faze : odată pentru perioada de incipienţă a fisurării şi apoi pentru perioada de propagare a fisurii, poate conduce la o concordanţă mai bună cu experienţa. În formularea analitică pe care a dat-o Grover sînt cuprinşi parametrii dependenţi de intensitatea amplitudinilor de solicitare a căror cunoaştere necesită studii experimentale laborioase. Acest fapt invalidează serios aplicarea metodei propusă de Grover.

Recent Manson ş.a. (1965), (1967) a reluat această ideie reuşind să dea o interpretare analitică, care conţine parametrii experimentali ce se determină din încercări simple cu amplitudini care prezintă o variaţie cu o singură discontinuitate. Această metodă ţine seama de efectul ordinei de aplicare a nivelelor de solicitare şi concordă satisfăcător cu rezultatele experimentale ale autorilor referitoare la încercări de încovoiere rotativă cu o singură variaţie discontinuă a amplitudinilor între două nivele. Şi acest criteriu conţine parametrii experimentali care se determină din încercări speciale iar stabilirea validităţii acestui criteriu pentru cazurile care simulează mai îndeaproape condiţiile reale de solicitare întîlnite în practică (programate şi aleatoare) nu a fost încă făcută.

Freudenthal (1953), (1956 a), (1956 b), (1959) consideră că eroarea introdusă de caracterul liniar al criteriului *PLM* este mai puţin importantă decît eroarea introdusă prin neluarea în consideraţie a interacţiunii dintre amplitudinile de tensiune ale spectrului de solicitare. Bazîndu-se pe unele elemente ale mecanismului fizic de degradare cunoscute la data cînd autorul şi-a formulat ipotezele, s-a postulat că densitatea fisurilor este proporţională cu densitatea benzilor de alunecare. Deoarece densitatea benzilor de alunecare produse la un nivel oarecare al amplitudinii tensiunii σ_i, va creşte prin aplicarea intermitentă a unor amplitudini de tensiune

$\sigma_{i+k} > \sigma_i$, şi nu este influenţată de amplitudinile $\sigma_{i+k} < \sigma_i$, Freudenthal a conclus că dezvoltarea degradării la un nivel constant de tensiune este accelerată de aplicarea unor amplitudini de tensiune intermitente mai mari, în timp ce aplicarea unor amplitudini de tensiune intermitente mai mici poate să lase procesul de degradare neinfluenţat.

Deci, durabilitatea N_i corespunzătoare nivelului σ_i se va reduce prin aplicarea amplitudinilor σ_{i+k}, cu atît mai mult cu cît diferenţa

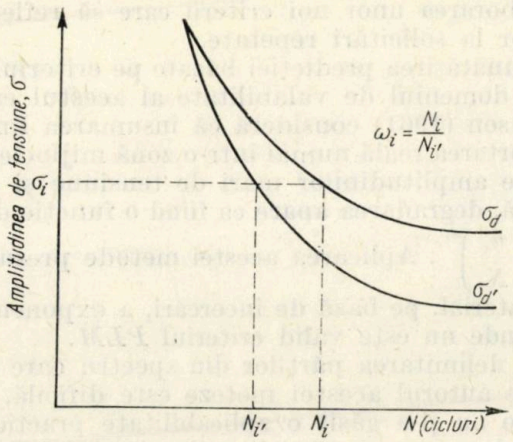


Fig. 2. — Schema curbelor de durabilitate iniţială şi secundară.

$\sigma_{i+k} - \sigma_i$ este mai mare. Un astfel de efect de interacţiune al amplitudinilor de tensiune σ_{i+k} poate fi convenabil exprimat printr-un „factor de interacţiune" ω_i care va indica reducerea durabilităţii N_i la N'_i conform relaţiei

$$N'_i = \frac{N_i}{\omega_i}. \tag{8}$$

Considerînd factorii de interacţiune pentru toate nivelele σ_i care apar într-un spectru de solicitare, rezultă că se stabileşte prin relaţia (8) o curbă de durabilitate secundară definită de valori N'_i asociată spectrului de solicitare considerat (*fig. 2*). Freudenthal propune ca durabilitatea corespunzătoare fiecărui spectru de solicitare să se determine prin aplicarea criteriului liniar *PLM* curbei secundare de durabilitate.
Adică, conform relaţiei (6) rezultă

$$\sum_{i=1}^{q} \omega_i \frac{n_i}{N_i} = 1. \tag{9}$$

Pentru aplicaţii practice Freudenthal a considerat un factor global de interacţiune $\bar{\omega}$ definit prin relaţia

$$\bar{\omega} \sum_{i=1}^{q} \frac{n_i}{N_i} = \sum_{i=1}^{q} \omega_i \frac{n_i}{N_i} = 1 \qquad (\bar{\omega} > 1) \tag{10}$$

sau :

$$\sum_{i=1}^{q} \frac{n_i}{N_i} = \frac{1}{\bar{\omega}}. \tag{11}$$

Factorul global de interacțiune $\bar{\omega}$ se presupune că este constant pentru un anumit material și un anumit tip de distribuție a amplitudinilor de tensiune din spectrul de solicitare. Rezultatele experimentale obținute de Freudenthal (1956 b), (1959) au confirmat în general această presupunere găsindu-se că $\bar{\omega} > 1$. Cu toate acestea încercările cu amplitudini discontinuu variabile efectuate de Kommers (1937) ; Müller-Stock (1938) ; Levy (1955) ; Ericksen și Work (1961) ; Manson ș.a. (1967) ; Cioclov (1969) precum și încercările cu spectre programate efectuate de Schijve și Jacobs (1956) (1961 a) ; Serensen (1956) ; Marsh (1964), (1965), (1966) ; Bussa și Hovanesian (1968) au arătat cu claritate că $\bar{\omega}$ nu este constant pentru un anumit tip de spectru.

Pe baza acestui criteriu Serensen și Kozlov (1958), (1962) și Serensen și Buglov (1960) au dezvoltat o metodologie practică de calcul. Este însă evident faptul că aplicarea practică a criteriului propus de Freudenthal presupune determinarea în prealabil a factorilor globali de interacțiune prin încercări care să simuleze cît mai îndeaproape solicitările reale. În aceste condiții, nici criteriul Freudenthal nu rezolvă problema predicției durabilităților la solicitări cu amplitudini varibile numai pe baza informației cuprinse în spectrul de solicitare și în curba de durabilitate a materialului nedegradat.

Erisman (1969), (1970 a), (1970 b), într-o încercare de a corecta criteriul *PLM* a sugerat o metodologie pentru determinarea experimentală a factorului global de interacțiune $\bar{\omega}$ în funcție de mai mulți parametrii care caracterizează efectul variației tensiunii medii, corelația dintre tensiunea medie și amplitudinea tensiunii, precum și efectele distribuției solicitărilor extreme și al ordinei de aplicare a solicitărilor.

Corten și Dolan (1956) au propus un criteriu liniar dedus pe baza următoarelor ipoteze : *a*) degradarea prin solicitări repetate este asociată cu propagarea fisurilor ; *b*) perioada de nucleație a fisurilor este neglijabilă în raport cu durabilitatea ; *c*) numărul centrelor de nucleație crește pe măsură ce crește nivelul amplitudinilor de tensiune ; *d*) în cazul solicitărilor cu amplitudini variabile numărul centrelor de nucleație corespunzătoare celui mai înalt nivel de tensiune este determinant pentru durabilitate ; *e*) viteza de propagare a fisurilor crește pe măsură ce crește nivelul amplitudinilor de tensiune și numărul ciclurilor de solicitare. Dacă solicitarea se produce prin amplitudini cu variație multiplu discontinuă între nivelele $\sigma_1, \sigma_2, \ldots, \sigma_q$ ($\sigma_1 > \sigma_2 > \ldots > \sigma_q$) aplicate în proporție de $\alpha_1, \alpha_2, \ldots, \alpha_q$ din durabilitatea totală, atunci criteriul propus de Corten și Dolan se exprimă prin relația

$$N_r = N_1 \left[\sum_{i=1}^{q} \alpha_i \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_1} \right)^d \right]^{-1} \tag{12}$$

unde d este un parametru experimental care se determină din încercări. Se observă că dacă $-1/d$ este egal cu panta dreptei de durabilitate

într-o reprezentare în coordonate logaritmice, atunci criteriul Corten-Dolan exprimat prin relaţia (12) se reduce la criteriul liniar *PLM*.

Pentru aplicarea acestui criteriu autorii consideră că sînt suficiente încercări cu amplitudine constantă pentru determinarea durabilităţii N_1 pentru nivelul σ_1 cel mai sever de solicitare din spectru şi încercări cu amplitudini discontinuu variabile între nivelul maxim σ_1 şi cel minim σ_q pentru determinarea parametrului d.

Ulterior Spitzer şi Corten (1961) au arătat că rezultatul exprimat prin relaţia (12) este echivalent cu aplicarea criteriului liniar *PLM* unei curbe secundare de durabilitate care este reprezentată în coordonate logaritmice printr-o dreaptă de pantă $-(1/d)$ şi se intersectează cu curba iniţială de durabilitate la nivelul maxim σ_1.

În această formă criteriul Corten-Dolan se exprimă prin relaţia

$$\sum_{i=1}^{q} \frac{n_i}{N_i^*} = 1 \tag{13}$$

unde N_i^* este durabilitatea la nivelul σ_i considerată pe curba secundară de oboseală.

Se poate arăta că acest criteriu este echivalent cu criteriul propus de Freudenthal. Într-adevăr dacă curba de durabilitate iniţială se exprimă printr-o relaţie de forma

$$\sigma_i^m N_i = K \tag{12}$$

unde m şi K sînt constante atunci din (12) şi (14) rezultă

$$\sum_{i=1}^{q} \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_1}\right)^{d-m} \frac{n_i}{N_i} = 1. \tag{15}$$

Identificînd în relaţia (8) se obţine

$$\omega_i = \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_1}\right)^{d-m}. \tag{16}$$

Este evident şi din această interpretare că factorul de interacţiune globală $\bar{\omega}$ aşa cum este definit de relaţia (10) nu este constant pentru un anumit material şi spectru de solicitare ci are valori diferite pentru fiecare caz în parte.

Experimentările efectuate de Corten şi Sinclair (1956); Corten şi Dolan (1956); Liu şi Corten (1959), (1960) au confirmat că în condiţiile solicitărilor cu amplitudini discontinuu variabile între două nivele, durabilităţile unor oţeluri şi aliaje de aluminiu urmează criteriul exprimat prin relaţia (12). Rezultatele obţinute de Spitzer şi Corten (1961) cu un aliaj de aluminiu solicitat cu spectre cu amplitudini continuu variabile confirmă de asemenea acest criteriu. Există însă şi cercetări mai recente ale lui Marsh (1965), (1966), (1968 a), (1968 b) care au evidenţiat că para-

metrul d determinat pe baza încercărilor cu amplitudini discontinuu variabile între două nivele — aşa cum recomandă autorii acestui criteriu — nu este reprezentativ şi pentru alte tipuri de spectre de solicitare. Aceste nepotriviri precum şi necesitatea efectuării unor încercări suplimentare speciale, au făcut ca acest criteriu să aibă o aplicaţie limitată cu toate că s-au elaborat pe baza lui metode inginereşti de calcul (Corten 1959; Schjelderup 1959).

3. CRITERIILE FENOMENOLOGICE LINIARE DE DEGRADARE BAZATE PE CONCEPTELE MECANICII RUPERII *)

În multe construcţii şi în special în construcţiile cu concentratori puternici de tensiune, faza de propagare a fisurilor ocupă cea mai mare parte din durabilitate şi reprezintă aspectul esenţial al degradării prin solicitări repetate (Rice şi Brown 1964; Schjive 1967; Christensen şi Harmon 1967).

Progresele înregistrate în domeniul mecanicii ruperii a făcut posibilă exprimarea cantitativă a procesului de propagare a fisurilor.

Numeroşi cercetători ca Head (1953), Mc Clintock (1956), (1962); Weibull (1954), (1956 a), (1956 b), (1960), (1963); Frost şi Dugdale (1957), (1958); Frost şi Dixon (1967); Mc Evily şi Illg (1958); Schijve (1960); Hardrath şi Mc Evily (1961); Valluri (1961), (1963); Christensen şi Denke (1961); Paris ş.a. (1961); Paris şi Erdogan (1963); Liu (1961) şi Manson (1965), au stabilit relaţii analitice pentru viteza de propagare a fisurilor în funcţie de intensitatea solicitării, caracteristica geometrică a fisurii şi numărul de cicluri de solicitare. Majoritatea acestor relaţii analitice — aşa cum a arătat Yoshimura şi Yokobori (1967) — se pot pune sub forma :

$$\frac{dl}{dn} = KL^{m+1} f(\sigma_i) \tag{17}$$

unde K — este o constantă; l — lungimea fisurii; σ_i — amplitudinea de tensiune, iar funcţia f depinde de material şi de caracterul solicitării. Weibull (1954), (1963) consideră în relaţia (17) $m = -1$; Liu (1961); Frost şi Dugdale (1958); Frost şi Dixon (1967) şi Valluri (1961), (1963) consideră $m = 0$; după Head $m = 1/2$ iar Paris ş.a. (1961); Paris şi Erdogan (1963) şi McClintok (1962) consideră că $m = 1$ corespunde cu o bună aproximaţie pentru majoritatea aliajelor de interes practic.

Pe baza relaţiei (17) se consideră că la stări de degradare echivalente corespund fisuri de lungime egală, independent de istoria solicitării (Valluri 1961, 1963, Scharton şi Crandall 1965). Există totuşi unele evidenţe experimentale care atestă că istoria solicitării influenţează propagarea subsecventă a fisurilor. Astfel Christensen şi Denke (1961); Schijve ş.a. (1961); Yokobori ş.a. (1967) au evidenţiat prin experimentări pe oţeluri şi aluminiu că la lungimi de fisuri egale, după o solicitare cu amplitudini mari propagarea este inhibată iar după solicitări cu amplitudini mai

*) Mecanica ruperii, utilizează în exprimarea cantitativă a fenomenului ruperii materialelor conceptele mecanicii clasice : energie, forţă, viteză etc.

mici propagarea este accelerată. Aceste efecte nu pot fi luate în considerație în evaluările cantitative bazate pe eq (17). Pe baza acestui tip de relații și a supoziției independenței legii de propagare a fisurilor de istoria solicitării, s-au stabilit criterii liniare de degradare cumulativă care în cazul solicitărilor cu spectre aleatoare concordă suficient de bine cu experiența (Paris 1964 ; Christensen 1965 ; Scharton și Crandall 1965). Această concordanță pune în evidență faptul că în cazul solicitărilor aleatoare datorită modului neregulat în care apar solicitările în timp, efectul istoriei solicitării asupra propagării fisurilor devine neglijabil.

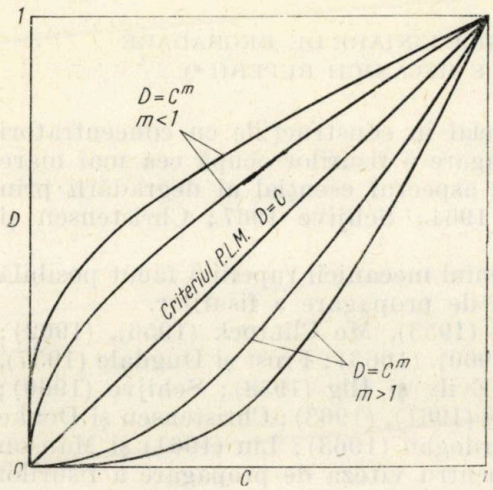


Fig. 3. — Schema variației degradării în funcție de raportul ciclurilor.

4. CRITERIILE FENOMENOLOGICE NELINIARE DE DEGRADARE

Criteriile fenomenologice liniare de degradare cumulativă prezentate pînă acum, nu pot să cuprindă efectul ordinei de aplicare a solicitărilor și implicit istoria solicitării. Rezultatele experimentale înregistrate în încercări cu amplitudini variabile cu o singură discontinuitate, pun în evidență un puternic efect neliniar al cumulării degradării.

Richart și Newmark (1948) ; Newmark (1952) și Marko și Starkey (1954) presupun că într-o reprezentare în coordonate $C = n_{11}/N_1$ și $D = 1 - n_{22}/N_2$ (*fig. 3*), degradarea nu se produce după o dreaptă egal înclinată față de axele de coordonate — așa cum implică criteriul *PLM* — ci după curbe parabolice definite de ecuația :

$$D = C^m. \tag{18}$$

Parametrul m, după acest criteriu, se determină experimental și depinde de material, spectru de solicitare, și geometria probei. Modul concret de dependență între acești factori și m nu a putut fi însă determinat. Din acest motiv criteriul parabolic în forma dată de relația (18) nu și-a putut găsi o aplicare în practica calculului ingineresc.

Henry (1955) a stabilit un nou criteriu neliniar bazat pe următoarele ipoteze : *a*) curba de durabilitate a materialului nedegradat este reprezentată printr-o hiperbolă de ecuație :

$$(\sigma - \sigma_d)\, N = K \tag{19}$$

b) parametrii experimentali K și σ_d (limita de oboseală a materialului

nedegradat) variază în funcţie de starea de presolicitare (σ_i, n_{ij}) astfel încît să se păstreze constant raportul:

$$\frac{\sigma_{dij}}{\sigma_d} = \frac{K_{ij}}{K} = \text{constant} \tag{20}$$

unde σ_{dij} şi K_{ij} sînt parametrii corespunzători după presolicitarea (σ_i, n_{ij}).

În cazul solicitărilor cu amplitudini variabile cu o singură discontinuitate, durabilitatea remanentă n_{22}^r la nivelul amplitudinii de tensiune σ_2 la care se produce ruperea se determină din relaţia:

$$1 - \frac{n_{22}^r}{N_2} = \frac{\Delta\sigma_1^* (1 + \Delta\sigma_2^*) \frac{n_{11}}{N_1}}{\Delta\sigma_1^* - \Delta\sigma_2^* + \Delta\sigma_2^* (1 + \Delta\sigma_1^*) \frac{n_{11}}{N_1}} \tag{21}$$

unde:

$$\Delta\sigma_i^* = \frac{\sigma_i - \sigma_d}{\sigma_d}.$$

Rezultatele experimentale obţinute de Kommers (1937), (1943) şi Bennett (1946) sînt în bună concordanţă cu criteriul propus de Henry exprimat prin relaţia (21). Datorită caracterului neliniar, acest criteriu ţine seama în mod adecvat de efectul ordinii de aplicare atunci cînd amplitudinile de solicitare au o variaţie cu o singură discontinuitate. De asemenea acest criteriu apelează numai la parametrii experimentali care se determină la ridicarea curbei de durabilitate prin solicitări cu amplitudini constante de tensiune. Totuşi criteriul Henry nu a fost dezvoltat analitic pentru spectre de solicitare mai complicate (programate sau aleatoare) datorită complexităţii pe care o implică o astfel de dezvoltare. În prezent este bine stabilit faptul că relaţia (19) nu reprezintă adecvat comportarea materialelor la solicitări repetate (Weibull 1961).

Aşa cum a arătat Freche (1961), fundamentarea criteriului Henry prin relaţia (19) conduce în general la o supraevaluare a durabilităţilor.

Recent Blatherwick şi Viste (1967) au arătat că criteriul Henry sub o formă modificată, urmează satisfăcător rezultatele experimentale obţinute în încercări cu solicitări variabile biaxiale cu amplitudini cu o singură variaţie discontinuă.

Nisihara şi Yamada (1956 a), (1956 b) propun ca o corecţie neliniară sub forma unei funcţii monoton descărcătoare $\psi(\sigma_i, n)$ să fie aplicată degradării constante pe ciclu determinată conform criteriului liniar *PLM* — relaţia (3)

$$\delta_i = \psi_{i,n}(\sigma_i, n) \frac{1}{N_i}; \tag{22}$$

la rupere :

$$\int_0^{N_r} \frac{\psi_{i,n}(\sigma_i, n)}{N_i} \, dn = 1. \tag{23}$$

Nisihara şi Yamada au considerat următoarele forme analitice concrete pentru funcţia de corecţie şi pentru curba de durabilitate a materialului :

$$\psi_{i,n} = \psi_{i,n-1} \exp(-m\sigma_i), \tag{24}$$

şi

$$N_i = \exp[-(A\sigma + D)]. \tag{25}$$

Pe baza unor cercetări mai vechi, efectuate de Nisihara şi Kobayashi (1947), s-a admis că relaţia (25) este valabilă pentru $\sigma \geqslant 0{,}77\ \sigma_d$; unde σ_d este limita de oboseală. Această supoziţie implică faptul că amplitudinile de tensiune σ_i care se găsesc cuprinse în intervalul $0{,}77\ \sigma_d < \sigma_i < \sigma_d$ produc un efect de degradare. Parametrul m este corelat cu parametrii curbei de durabilitate prin următoarea relaţie aproximativă :

$$m \cong A\sigma_d + D - \ln \sigma_d. \tag{26}$$

Autorii acestui criteriu au găsit o corelaţie bună între predicţia teoretică bazată pe relaţia (23) şi rezultatele experimentale obţinute cu un oţel carbon supus la solicitări de încovoiere rotativă cu amplitudini continu variabile modulate armonic. Unele verificări ale lui Serensen ş.a. (1963) şi ale autorului acestei lucrări par să indice că acest criteriu conduce la predicţii puţin diferite de criteriul liniar *PLM*, şi în consecinţă prezintă toate deficienţele acestuia. Acest fapt apare explicabil, deoarece supoziţia potrivit căreia funcţia de corecţie a degradării ψ este monoton descrescătoare în raport cu nivelul tensiunii şi cu numărul de cicluri este în dezacord cu evidenţele experimentale care indică că degradarea se accelerează odată cu creşterea nivelului amplitudinii de solicitare şi a numărului de cicluri.

Gatts (1961) propune ca măsură a degradării variaţia rezistenţei materialului σ_r în funcţie de numărul de cicluri n şi de amplitudinea de solicitare σ_i :

$$\frac{d\sigma_r}{dn_{ij}} = -k(\sigma_i - \sigma_{aij})^{\rho}, \tag{27}$$

unde k şi ρ sînt constante experimentale iar σ_{aij} este limita de oboseală variabilă în raport cu numărul de cicluri şi cu nivelul de solicitare. Autorul acestui criteriu introduce următoarele ipoteze suplimentare : *a*) $\rho = 2$ pentru oţeluri şi *b*) în momentul ruperii :

$$\frac{\sigma_{aij}}{\sigma_d} = \frac{\sigma}{\sigma_r} = \text{constant} \tag{28}$$

unde σ_d este limita iniţială de oboseală.

Din aceste considerente s-a putut deduce o relaţie analitică pentru ecuaţia curbei de durabilitate, şi să se obţină pentru cazul solicitărilor cu amplitudini variabile cu o singură discontinuitate un criteriu în concordanţă cu rezultatele experimentale obţinute de Kommers (1938); Kommers (1945); Richart şi Newmark (1948).

Ulterior acest criteriu a fost extins de Gatts (1962) şi pentru cazul solicitărilor aleatoare. La apariţia acestui criteriu Corten (1961) a formulat

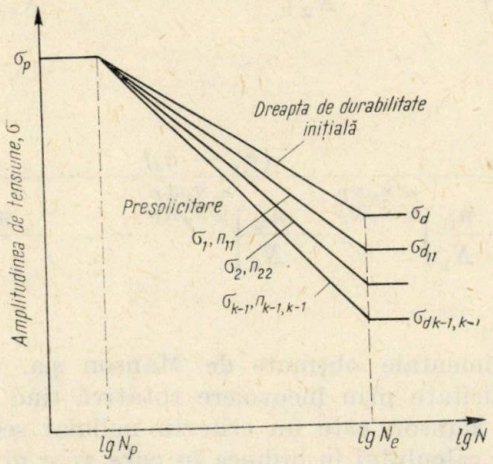


Fig. 4. — Schema curbelor de durabilitate remanentă după o presolicitare cu amplitudine constantă.

critici cu privire la semnificaţia fizică a funcţiei de degradare (27), iar Manson (1961 b) a evidenţiat că acest criteriu implică existenţa unor curbe de durabilitate remanentă cu o alură divergentă în domeniul amplitudinilor mari de tensiune, ceea ce este incompatibil cu rezultatele experimentale cunoscute. Yoshimura şi Yokobori (1967) au arătat însă că funcţia de degradare exprimată prin relaţia (27) este consistentă cu relaţia (17) care exprimă viteza de propagare a fisurilor.

Criteriul propus de Gatts nu este pînă în prezent suficient de bine dezvoltat pe plan analitic şi nici verificat în suficientă măsură prin experienţă, astfel încît să poată fi utilizat în elaborarea unor metode inginereşti de calcul.

Manson ş.a. (1961) bazîndu-se pe rezultatele experimentale cunoscute, a arătat că la oţeluri, curbele de durabilitate remanentă după o presolicitare (σ_i, n_{ij}) atunci cînd durabilitatea este reprezentată la o scară logaritmică nu sînt paralele cu curba de durabilitate iniţială —aşa cum implică criteriul liniar *PLM* — ci tind convergent spre un punct unic de coordonate (σ_P, N_P) situat în domeniul solicitărilor cu amplitudini mari de tensiune (*fig. 4*).

Considerînd că atît curba de durabilitate originală cît şi curbele durabilităţilor remanente sînt reprezentate în coordonate semilogaritmice

prin drepte, iar discontinuităţile care marchează limita de oboseală a materialului nedegradat şi a materialului degradat corespund unei durabilităţi unice N_0, Manson a stabilit următoarele relaţii pentru durabilitatea remanentă şi pentru limita de oboseală după presolicitarea în trepte : (σ_1, n_{11}), $(\sigma_2, n_{22}), \ldots, (\sigma_{k-1}, n_{k-1,\ k-1})$

$$\frac{n^r_{kk}}{N_k} = \left\{\left[\left(1 - \frac{n_{11}}{N_1}\right)^{\frac{\lg N_2/N_P}{\lg N_1/N_P}} - \frac{n_{22}}{N_2}\right]^{\frac{\lg N_3/N_P}{\lg N_2/N_P}} - \ldots - \frac{n_{k-1;\,k-1}}{N_{k-1}}\right\}^{\frac{\lg N_k/N_P}{\lg N_{k-1}/N_P}} \tag{29}$$

şi respectiv

$$\sigma_{dkk} = \sigma_d - \frac{(\sigma_p - \sigma_d)}{1 + \lg\left\{\left[\left(1 - \frac{n_{11}}{N_1}\right)^{\frac{\lg N_2/N_P}{\lg N_1/N_P}} - \frac{n_{22}}{N_2}\right]^{\frac{\lg N_3/N_P}{\lg N_2/N_P}} - \ldots - \frac{n_{k-1;\,k-1}}{N_{k-1}}\right\}^{\frac{\lg N_k/N_P}{\lg N_{k-1}/N_P}}}. \tag{30}$$

Rezultatele experimentale obţinute de Manson ş.a. (1961), (1965) cu oţeluri carbon solicitate prin încovoiere rotativă tind să confirme acest criteriu. Criteriul Manson este un criteriu neliniar secvenţial care presupune efectuarea calculului în ordinea în care apar nivelele de solicitare în spectru. Ipoteza convergenţei curbelor de durabilitate remanentă conduce la evidenţierea unui efect al ordinei de aplicare a solicitărilor în concordanţă cu experimentul. Mărimile σ_P şi N_P care în accepţiunea criteriului Manson sînt caracteristici de material se determină pe baza unor experienţe laborioase. De asemenea, variaţia limitei de oboseală — conform relaţiei (30) este prea mare în comparaţie cu rezultatele experimentale (Manson 1964). Dificultăţile menţionate precum şi faptul că acest criteriu nu a fost dezvoltat şi pentru solicitări cu amplitudini continuu variabile şi solicitări aleatoare, au făcut ca nici acest criteriu să nu fie utilizat în practica de dimensionare.

Fuller (1961) a propus o metodă de estimare a durabilităţii la solicitări cu amplitudini variabile, bazată pe analiza empirică a unor rezultate experimentale obţinute de Corten şi Dolan (1956). După această metodă, pe baza unei corelaţii empirice se determină mărimea β — care reprezintă raportul dintre panta dreptei de durabilitate a materialului nedegradat în coordonate semilogaritmice şi panta dreptei de durabilitate secundară în sensul criteriului Corten (vezi relaţia (12)) — şi durabilităţile N_A şi N_a corespunzătoare tensiunilor maxime respectiv minime ale solicitării repetate cu amplitudini variabile :

$$\beta = \frac{1}{3} \lg \frac{1000\, N_A}{N_A + N_a}. \tag{31}$$

Apoi, tot pe baza unei relaţii empirice se determină durabilitatea N_r în cazul solicitărilor repetate cu amplitudini variabile:

$$N_r = N_A^{\beta-1} N_a^{1-\beta}. \tag{32}$$

Această metodă nu poate ţine seama de efectul ordinii de aplicare a amplitudinilor şi utilizarea ei este restrînsă numai pentru acele materiale şi tipuri de solicitare pentru care s-au stabilit relaţiile empirice de forma (31), (32).

Shanley (1952) propunînd o relaţie neliniară pentru variaţia lungimii fisurii în raport cu numărul de cicluri de solicitare, a dedus o relaţie care determină valoarea amplitudinii constante de tensiune echivalentă din punctul de vedere al durabilităţii, cu solicitarea repetată cu amplitudini variabile:

$$\sigma_r = \left(\sum \alpha_i \sigma_i^{\lambda a}\right)^{1/\lambda a} \tag{33}$$

unde $-1/a$ este panta dreptei de durabilitate în coordonate logaritmice iar λ un parametru experimental pe care autorul criteriului l-a evaluat la 2 pe baza rezultatelor experimentale obţinute de Hardrath şi Utley (1952). În forma din relaţia (33) criteriul Shanley se reduce la aplicarea criteriului PLM la o dreaptă de durabilitate cu panta $-1/\lambda$ *o* în coordonate logaritmice.

În această interpretare aşa cum s-a arătat şi la expunerea criteriilor propuse de Freudenthal şi de Corten ş.a. λ nu poate fi o constantă. Această concluzie este confirmată de comparaţiile făcute de Crede (1963) între predicţia bazată pe acest criteriu şi rezultatele experimentale cu spectre aleatoare, obţinute de Fralich (1959) şi Smith şi Malme (1963).

Cu toate deficienţele menţionate metoda Shanley a fost aplicată de Miles şi Thomson (1961) la elaborarea unei metode de calcul pentru cazul solicitărilor repetate cu spectre aleatoare.

Pornind de la definiţia riguroasă în sens fenomenologic, a degradării prin oboseală, autorul (Cioclov 1968, 1969) a pus în evidenţă că unei stări de degradare prin oboseală S_{ij} produsă de solicitarea (σ_i, n_{ij}), îi corespunde o diminuare a limitei iniţiale de oboseală σ_d pînă la o nouă valoare σ_{dij} dată de relaţia:

$$\frac{\sigma_{dij}}{\sigma_d} = \left(\frac{\sigma_i}{\sigma_d}\right)^{k/\lg C_{ij}} \tag{34}$$

unde: $C_{ij} = \dfrac{n_{ij}}{N_i}$ şi k — o constantă experimentală adimensională caracteristică fiecărui material (pentru oţeluri carbon are valoarea $k \cong 0{,}3$). În această interpretare σ_{dij} reprezintă un parametru de degradare. Din condiţia egalităţii parametrului de degradare σ_{dij} se poate stabili un procedeu pentru predicţia durabilităţilor în cazul solicitărilor cu amplitudini variabile.

În cazul cel mai simplu cînd presolicitarea se face la un nivel σ_1 pe o durată de n_{11} cicluri durabilitatea remanentă n_{22}^r la un al doilea nivel σ_2 este dată de relaţia :

$$n_{22}^r = N_2\left[1 - \left(\frac{n_{11}}{N_1}\right)^{\lg \sigma_2^*/\lg \sigma_1^*}\right] \tag{35}$$

unde :

$$\sigma_1^* = \frac{\sigma_1}{\sigma_d} \quad \text{şi} \quad \sigma_2^* = \frac{\sigma_2}{\sigma_d}.$$

În cazul cînd solicitarea se produce la k nivele, prin reducerea succesivă a stărilor de solicitare în ordinea în care apar nivelele în spectru, rezultă că ruperea la nivelul σ_k se va produce cînd :

$$\frac{n_{kk}^r}{N_k} = 1 - \{[(C_{11})^{\lg \sigma_2^*/\lg \sigma_1^*} + C_{22}]^{\lg \sigma_3^*/\lg \sigma_2^*} + \ldots + C_{k-1;\,k-1}\}^{\lg \sigma_k^*/\lg \sigma_{k-1}^*}. \tag{36}$$

În cazul solicitării în două trepte prin introducerea transformării :

$$D_{22} = 1 - \frac{n_{22}^r}{N_2} \tag{37}$$

relaţia (35) reprezintă în coordonate C_{11}, D_{22} o familie de parabole. Dacă $\sigma_1 > \sigma_2$ atunci $\lg \sigma_2^*/\lg \sigma_1^* < 0$ şi deci parabola care defineşte degradarea la nivelul σ_2 este plasată deasupra dreptei PLM. Rezultă că solicitarea (σ_1, n_{11}) produce o degradare mai mare decît cea indicată de criteriul PLM şi urmează că :

$$\frac{n_{11}}{N_1} + \frac{n_{22}^r}{N_2} < 1. \tag{38}$$

Analog, pentru $\sigma_1 < \sigma_2$ rezultă

$$\frac{n_{11}}{N_1} + \frac{n_{22}^r}{N_2} > 1. \tag{39}$$

Acest rezultat este pe deplin confirmat de rezultatele experimentale ale autorului (Cioclov 1969) cît şi de numeroase alte rezultate experimentale (Eriksen şi Work 1961 ; Manson 1961 etc.) aşa cum se indică în figura 5.

În general, atît în cazul solicitărilor în două trepte cît şi în cazul solicitării în mai multe trepte, noul criteriu — în comparaţie de criteriul PLM — permite predicţia durabilităţii cu mai multă acurateţe.

Aplicarea noului criteriu presupune reducerea succesivă a solicitărilor din treaptă în treaptă, prin aceasta ţinîndu-se seama de ordinea de aplicare a treptelor de solicitare (istoria solicitării).

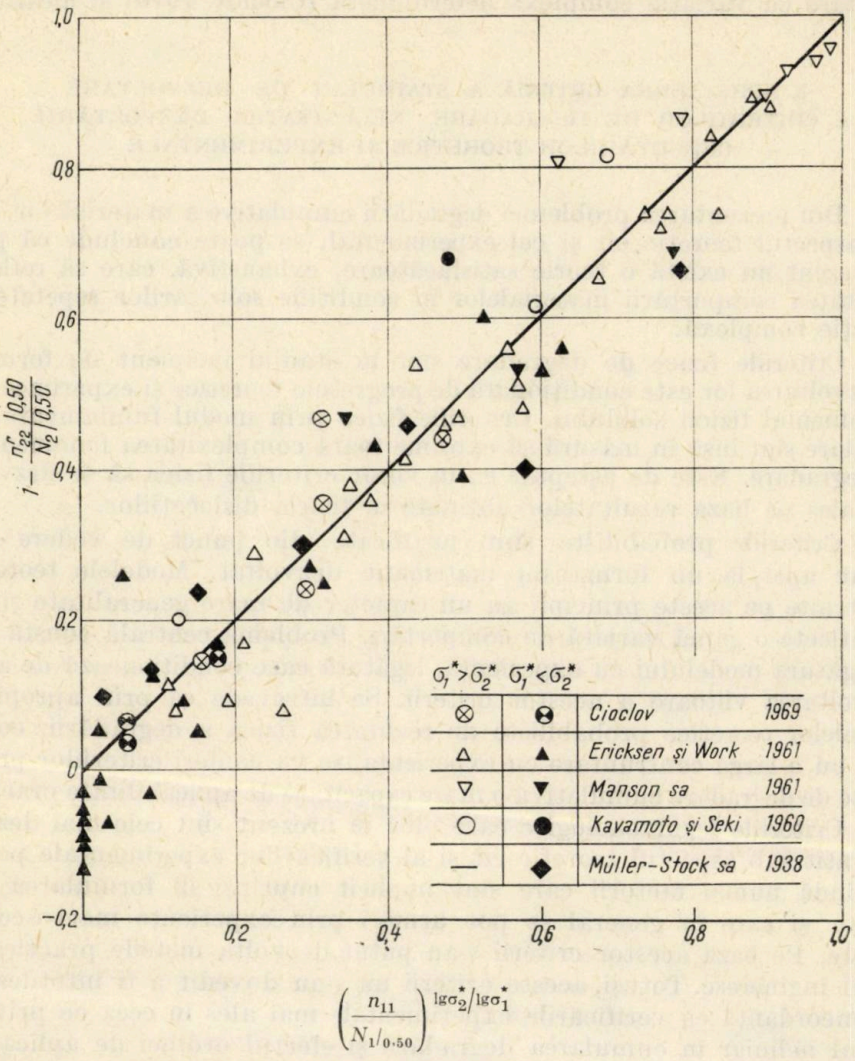


Fig. 5. — Compararea rezultatelor experimentale cu noul criteriu de degradare cumulativă. Oţeluri carbon solicitate de încovoiere rotativă cu amplitudini discontinu variabile în două trepte. Durabilităţile corespund unei probabilităţi de 50%.

Pentru utilizarea practică a criteriului analizat, este necesară numai cunoaşterea curbelor de durabilitate izoprobabilă, determinate prin încercări convenţionale cu amplitudine constantă, curbe care cuprind implicit influenţa factorilor geometrici tehnologici şi de mediu. Acest fapt conferă un avantaj esenţial noului criteriu, faţă de alte criterii, deoarece

aplicarea lui nu necesită cunoaşterea unei informaţii suplimentare obţinută prin încercări costisitoare cu spectre de solicitare cu variaţie complexă. Noului criteriu de degradare i s-au dat extinderi pentru spectre de solicitare cu variaţie complexă deterministă (Cioclov 1970) şi aleatoare.

5. APRECIEREA CRITICĂ A STADIULUI DE DEZVOLTARE A CRITERIILOR DE DEGRADARE. NECESITATEA DEZVOLTĂRII CERCETĂRILOR TEORETICE ŞI EXPERIMENTALE

Din prezentarea problemei degradării cumulative a materialelor, atît sub aspectul teoretic cît şi cel experimental, se poate conclude că pînă în prezent nu există o teorie satisfăcătoare, exhaustivă, care să reflecte varietatea comportării materialelor în condiţiile solicitărilor repetate cu variaţie complexă.

Criteriile fizice de degradare sînt în stadiul incipient de formare şi dezvoltarea lor este condiţionată de progresele teoretice şi experimentale în domeniul fizicii solidului. Criteriile fizice prin modul fundamental de abordare sînt însă în măsură să exprime toată complexitatea fenomenului de degradare. Este de aşteptat ca în viitor criteriile fizice să se dezvolte mai ales pe baza rezultatelor obţinute în teoria dislocaţiilor.

Criteriile probabiliste sînt justificate din punct de vedere fizic şi fac apel la un formalism matematic dezvoltat. Modelele teoretice construite pe aceste principii au un caracter de mare generalitate şi pot să reflecte o gamă variată de comportări. Problema centrală constă însă în legătura modelului cu experienţa, legătură care condiţionează de altfel dezvoltarea viitoare a acestor criterii. Se întrevede că prin apropierea modelelor teoretice probabiliste de realitatea fizică a degradării, conjugată cu o largă confruntare cu experienţa, se va conferi criteriilor probabiliste de degradare cumulativă o mare capacitate de aplicabilitate practică.

Criteriile fenomenologice care pînă în prezent sînt cele mai dezvoltate atît sub aspectul teoretic cît şi al verificărilor experimentale pot să cuprindă numai factorii care sînt implicit cuprinşi în formularea ipotezelor şi care în general se pot urmări prin experienţe macroscopice directe. Pe baza acestor criterii s-au putut dezvolta metode practice de calcul inginerese. Totuşi, aceste criterii nu s-au dovedit a fi întotdeauna în concordanţă cu verificările experimentale mai ales în ceea ce priveşte efectul neliniar în cumularea degradării şi efectul ordinei de aplicare a solicitărilor.

Tendinţa dezvoltării în viitor a criteriilor fenomenologice va urma calea precizării ipotezelor prin luarea în consideraţie a parametrilor pe care experienţa îi dovedeşte esenţiali în procesul de degradare.

Este de aşteptat ca cercetările viitoare să conducă la o integrare a modelului fenomenologic, probabilist şi fizic de degradare într-o viziune unică.

Primit la redacţie la data de 19 octombrie 1970.

BIBLIOGRAFIE

1. Bastenaire, F., R. Cazaud, M. Weisz, *Essais de fatigue statistiques suivant la méthode de charge progressive.* Colloqiuum on Fatigue — Stockholm. Springer Verlag, 14—23 (1956).
2. Bastenaire,F., *Étude critique de la notion de domage appliquée à une classe étandue d'essais de fatigue.* Colloquium on Fatigue — Stockholm. Springer Verlag, 1—13 (1956).
3. Bennet, J. A., *A study of the demaging effect of fatigue stressing on X 4130 Steel.* Proc. ASTM., **46**, 693—711 (1946).
4. Blaterwick, A. A., N. D. Viste, *Cumulative damage under biaxial fatigue stress.* Material Research and Stand, **7**, *8*, 331—336 (1967).
5. Bussa, S. L., Joseph der Hovanesian, *Cumulative damage analysis of random stress.* Preprint ASTM (1968).
6. Chilver, A. H., *The estimation of fatigue damage in aircraft wing structure.* Journal of the Royal Aeronautical Society, **58**, 394—402 (1954).
7. Christensen, R. H., P. H. Denke, *Crack strength and crack propagation characteristics of high strength metals.* Douglas Aircraft Company Inc. Air. Force Techn. Doc. ASD TR 61—207 (1961).
8. Christensen, R. H., *Growth of fracture in metal under random cyclic loading.* Proc. First. Int. Conf. on Fracture-Sendai Japan, 1507—1516 (1965).
9. Christensen, R. H., M. B. Harmon, *Limitations of fatique-crack research in the design of flight vehicle structures.* Fatigue Crack Propagation ASTM STP 415, 5—24 (1967).
10. Cioclov, D., *Un nou criteriu pentru aprecierea degradării cumulative în procesul de oboseală a metalelor.* St. cerc. metalurgie, **13**, *12*, 315—338 (1968).
11. Cioclov, D., *Fatigue damage under repeated loading with a discontinuous variation of the stress amplitudes.* Rev. Roum. des Sci. tehn. — Série Mét., **14**, *2*, 137—148 (1969).
12. Cioclov. D., *Cumulative fatigue damage under repeated loadings with periodical variaton of stress amplitudes.* Rev. Roum. des Sci. techn.—Série Métallurgie, *1* (1970).
13. Corten, M. T., T. Dimoff, T. J. Dolan, *An appraisal of the Prot method of fatigue testing.* Proceedings ASTM, **54**, 875—902 (1954).
14. Corton, M. T., G. M. Sinclair, *A wire fatigue machine for the investigation of the influence of complex stress histories.* Proc. ASTM V, **56**, 1124—1137 (1956).
15. Corten, M. T., T. J. Dolan, *Cumulative fatigue damage.* Proc. Intern. Conf. on Fatigue of Metals. IME-ASME — London, 235—246 (1956).
16. Corten M. T., *Design considerations for limited fatigue life under complex stress histories.* SESA Design. Clinics, Detroit, Mich. (1959).
17. Corten, M. T., *Descussion.* Journal of Basic Engineering, **83**, *4*, 535—537 (1961).
18. Crede, C. C., *Failure resulting from vibration.* Random Vibration **2** — Editor S. H. Crandall, The M.I.T. Press, p. 103—146 (1963).
19. D'Amato, R., *A study of the strain-hardening and cumulative damage behaviour of 2032-T 4 aluminium alloy in the low-curycle fatigue range.* WADD. Technical Report 60—175 (1960).
20. Dolan T. J., F. E. Richard Jr., C. E. Work, *The influence of fluctuation in stress amplitude on the fatigue of metals.* Proceedings ASTM, **49**, 646—682 (1949).
21. Eggwertz, S., *Analysis of damage intensity and cumulative damage.* Fatigue in Aircraft Structure Ed. M. Freudenthal-Academic Press (versiunea în lb. rusă, p. 123—131) (1956).
22. Ericksen, W. H., C. E. Work, *A study of the accumulation of fatigue damage in steel.* Proc. ASTM, **61**, 704—718 (1961).
23. Erisman, T. M., *Fatigue-life prediction under irregular stress conditions.* Raport nepublicat. Eidgenössische Material-prüfungs und Versuchungsanstalt für Industrie, Bauwesen und Gewerbe. Dühendorf. Schwitz (1969).
24. Erisman, T. M., *Fatigue-life prediction under irregular stress conditions.* Journal of Strain Analysis, **5**, *3*, 207—211 (1970 a).
25. Erisman, T. M., *Ein Verfahren zur Abschätzung der Lebensdauer von Materialien bei unregelmässigen Belastungen.* Schweitzer Archiv, **36** (März), 57—113 (1970 b).
26. Ferro, A., O. Rossetti, *Contribution à l'étude de la fatigue des matériaux avec essais à charge progressive.* Colloquium on Fatigue — Stockholm Springer Verlag, 24—34 (1956)

27. FRALICH, F. W., *Experimental investigation of effects of random loading on the fatigue life of notched cantileverbeam specimens of 7075-76 aluminium alloy.* NASA Memo. 4-12-59 L. (1959).
28. FRECHE, J. C., *Discussion.* Proc. ASTM, **61**, 692—697 (1961).
29. FREUDENTHAL, A. M., *A random fatigue testing procedure and machine.* Proc. ASTM, **53**, 896 (1953).
30. FREUDENTHAL, A. M., R. A. HELLER, *Accumulation of fatigue damage,* Proc. Intern. Conf. on Fatigue in Aircraft Struc. Academic Press, New York, 146 (1956 a).
31. FREUDENTHAL, A. M., *Cumulative damage under random loading.* Proc. Intern. Conf. on Fatigue of Metals. IME-ASME — London, 257—261 (1956 b).
32. FREUDENTHAL, A. M., K. A. HELLER, *On stress interaction in fatigue and a cumulative damage rule.* Journal of the Aero-Space Science, **26**, 431—442 (1959).
33. FROST, N. E., D. S. DUGDALE, *Fatigue tests on notched mild steel plates with measurements of fatigue cracks.* Journal of Mechanics and Physics of Solids, **5**, 182—192 (1957).
34. FROST, N. E., D. S. DUGDALE, *The Propagation of Fatigue cracks in steel,* **6**, *2*, 92—110 (1958).
35. FROST, N. E., J. R. DIXON, *A theory of fatigue crack growth.* Intern. Journal of Fracture Mechanics, **3**, *4*, 301—316 (1967).
36. FULLER, J. R., *Cumulative fatigue damage due to variable — cycle loading.* Noise Control (July/Aug.), 11—24 (1961).
37. GASSNER, E., W. SCHÜTZE, *The significance of constant load amplitude tests for the fatigue evaluation of aircraft structure.* Full-Scale Fatigue Testing of Aircraft Structures, Pergamon Press, 14—40 (1961).
38. GASSNER, E., F. W. GRIESE, E. HEIBACH, *Ertragbare Spannungen und Lebensdauer einer Schweissverbindung aus Stahl St. 37 bei verschiedenen Formen der Beanspruchungskollektive.* Archiv. für das Eisenhüttenwesen, **35**, *3*, 255—267 (1964).
39. GATTS, P. P., *Application of a cumulative damage concept to fatigu.* Journal of Basic Engineering, **83**, *4*, 524—534 şi 539—540 (1961).
40. GATTS. P.P,. *Cumulative fatigue damage with random loading.* Journal of Basic Engineering, **84**, *3*, 403—409 (1962).
41. GROSS, J. H., R. D. STOUT, *Plastic fatigue properties of high-strength pressure vessel steels.* Welding Journal, **34**, Supp. 161—166 (1955).
42. GROVER, H. J., S. M. BISHOF, L. R. JACKSON, *Axial load fatigue tests on unnotched sheet specimens of 24 S-T3, 75 S-T6, aluminium alloys and of SAE 4130 Steel.* NACA TN, 2324 (1951).
43. GROVER, H. J., *An observation concerning the cycle ratio in cumulative damage.* Fatigue in Aircraft Structures, ASTM STP, 274, 120—124 (1960).
44. GÜCER, D. E., *Cumulative fatigue at high plastic strains.* Trans. ASM, **51**, 176—184 (1961).
45. HARDRATH, H. F., E. C. UTLEY Jr., *An experimental investigation of the behaviour of 24 S-T4 aluminium alloy subjected to repeated stresses of constant and varying aplitudes.* NACA TN, 2798 (1952).
46. HARDRATH, M. F., A. J. Mc EVILY, *Engineering aspects of fatigue crack propagation.* Proc. of the Crack Propagation Symp. **2**, Cranfield England. (1961).
47. HEAD, A. K., *The Growth of Fatigue Cracks.* The Philosophical Magazine, **44**, 7, 925 (1953).
48. HEAD, A. K., F. M. HOOKE, *Random noise fatigue testing.* Proc. Intern. Conf. on Fatigue of Metals, IME-ASME-London, 301—303 (1956).
49. HENRY, D. I., *A theory of fatigue damage accumulation in steel.* Trans. ASME, **77**, 919—918 (1955).
50. HILLBERY, B. M., *Fatigue life of 2024-T 3 aluminium alloy under narrow and broad-band random loading.* Symposium on Fatigue. Sponsored by ASTM (1968).
51. JOHNSON, W., J. M. LAMBALE, M. A. ABDEL-AZIZ, *Low endurance fatigue of mild steel in torsion.* Proc. Third. Conf. on Dimens. and Strength Calculations Budapest, 313—337 (1965).
52. KOMMERS, J. B., *Overstressing and understressing in fatigue.* Engineering, 143, 3724, 620—627 şi 3726, 676—678 (1937).
53. KOMMERS, J. B., *The effect of overstressing and understressing in fatigue.* Proceedings ASTM, **38**, Part. II, 249 (1938).
54. KOMMERS, J. B., *The effect of overstress on the endurance life of steel.* Proceedings ASTM, **45**, 532 (1945).
55. LANGER, B. F., *Fatigure failure from stress cycles of varrying amplitude.* Journal of Applied Mechanics, 4, TRANS. ASME **59**, A 160—A 162 (1937).

56. Levy, J. C., *Cumulative damage in fatigue. A method of investigation economical in specimens.* Engineering, 179, 4663, 724—726 (1955).
57. Liu, H. W., H. T. Cortea, *Fatigue damage during complex stress histories.* NASA T.N. D-256 (1959).
58. Liu, H. W., H. T. Cortea, *Fatigue damage under varying stress amplitudes.* NASA T.N. D-647 (1960).
59. Liu, H. W., *Crack propagation in thin metal sheet under repeated loading.* Journal of Bassic Engineering, **83**, *1*, 23 (1961).
60. Liu, H. W., *Fatigue crack propagation and applied stress range. An energy approach.* Journal of Basic Engineering, **85**, *1*, 116—122 (1963).
61. Locati, L., *La Metallurgia Italiana*, **47**, 301 (1955).
62. Locati, L., *Sul criterio di prova ad azione progressiva.* La Metallurgia Italiana, **51**, 5, 179—184 (1959).
63. Low, A. C., *The bending fatigue strength of aluminium alloy MG 5 between 10 and 10 milion cydes.* Journal of the Royal Aeronautical Society, **59**, 502—506 (1955).
64. Manson, S. S., A. J. Nachtigall, J. C. Frenche, *A proposed new relation for cumulative fatigue damage in bending.* Proceedings ASTM, **61**, 679—692 (1961).
65. Manson, S. S., *Discussion.* Journal of Basic Engineering, **83**, 4, 537—539 (1961).
66. Manson, S. S., *Interpretative report on cumulative fatigue damage in the low cycle range.* Welding, Journal, 43, 8, 344 s—352 s (1964).
67. Manson, S. S., *Fatigue: A complex subject — some simple approximations.* Experimental Mechanics, **5**, *7*, 193—226 (1965).
68. Manson, S. S., A. J. Nachtigall, C. R. Esign, J. C. Freche, *Further investigation of a relation for cumulative fatigue damage in bending.* Trans. Am. Soc. Mech. Engrs. Feb. (1965).
69. Manson, S. S., J. C. Freche, C. R. Ensign, *Application of a double liniar damage rule to cumulative fatique.* Fatigue Crack Propagation, ASTM STP, **415**, 384—412 (1967).
70. Marko, S. M., W. L. Starkey, *A concept of fatigue damage.* Trans. ASME, **76**, 627—632 (1954).
71. Marsh, K. J., *Cumulative fatigue damage under a symmetrical sawtooth loading programme.* NEL Report No. 136 (National Engineering Laboratory, East Kilbride, Glasgow (1964).
72. Marsh, K. J., *Direct-stress cumulative fatigue damage tests on mild steel and aluminium alloy specimens.* NEL. Report. No. 204 (National Engineering Laboratory, East Kilbride, Glasgow (1965).
73. Marsch, K. J., *Variable amplitude rotating-bending fatigue tests tests on aluminium alloy brass and mild steel speciemens.* NEL Report No. 263 (National Engineering Laboratory, East Kilbride, Glasgow), (1966).
74. Marsh, K. J., *Further varying-amplitude fatigue tests on sharply notched mild steel speciments.* NEL Report No. 373 (National Engineering Laboratory, East Kildbride, Glasgow) (1968).
75. Malsh, K. J., J. A. Mackinnon, *Random-loading and block loading fatigue tests on sharply notched mild steel specimens.* Journal of Mechanical Eng. Science. **10**, *1*, 48—58 (1968 b).
76. Mc Clintock, F. A., *The growth of fatigue cracks under plastic torsion.* Proc. Intern. Conf. on Fatigue of Metals IME-ASME London, 538—542 (1956).
77. Mc Clintock, F. A., *On the plasticity of growth of cracks.* Intern. Conf. on Fracture Maple Valley. Wash. Si in Fracture of Solids. John Willey and Sons. Inc. N. Y. (1962).
78. Mc Evily, A. J., W. Ilg, *The rate of fatigue crack propagation in two aluminium alloys.* NACA TN, 4394 (1958).
79. Miles, J. W., *On structural fatigue under random loading.* Journal Aeron. Sci., **21**, 753—762 (1954).
80. Miles, J. W., W. T. Thomson, *Metode statistice în studiul vibraţiilor.* Şocuri şi vibraţii. VI. Coord. ediţiei în limba română. G. Buzdugan, Ed. Tehnică, 1968, 394—413 (1961).
81. Miner, M. A., *Cumulative Damage in fatigue.* Journ. of Applied Mechanics, 12, Trans. ASME, **67**, *12*, A-159—A-164 (1945).
82. Müller-Stock, H., E. Gerold, E. M. Schulz, *Der Einsfluss einer Wechselvorbeanspruchung auf Biegezeit- und Biegewechselfestigkeit von Stahl St. 37.* Archiv. für das Eisenhüttenwesen, **12**, *13*, 141—148 (1938).
83. Newmark, N. M., *A review of cumulative damage in fatigue.* Fatigue and Fracture of Metals, Edit. W. M. Murray — New York (1952).

84. NISIHARA, T., A. KOBAYASHI, *New theory of fatigue of metals and its application.* Transactions of the Society of Mechanical Engineers, Japan, **13**, *44*, 44 (1947).
85. NISIHARA, T., T. YAMADA, *Fatigue strength of metals under alternating stresses of varying amplitude.* Memoires of the Faculty of Engineering, Kyoto-Japan, **18**, *3*, 172—208 (1956 a).
86. NISIHARA, T., T. YAMADA, *Fatigue life of metals under varying repeated stresses.* Proc. of the 6th Japan National Congress for App. Mech. 61—64 (1956 b).
87. OHJI, K., W. R. MILLER, J. MARIN, *Cumulative damage and effect of mean strain in low-cycle fatigue of a 2024—T 351 aluminium alloy.* Journal of Basic Engineering, **8**, *4*, 801—810 (1956).
88. OXFORD, J., *Beitrag zur Betriebsfestikeitsuntersuchung von Stahlkonstruction bei beliebiger Form des Beanspruchungskollektivs.* Der Stahlbau, **39**, *8*, 240—247 (1969).
89. PALMGREN, A., *Die Lebensdauer von Kugellagern.* Z VDI, **68**, 339—341 (1924).
90. PARIS, P. C., M. P. GOMEZ, W. E. ANDERSON, *A rational analytic theory of fatigue. The Trend*, in Engineering, 13, 1, University of Washington (1961).
91. PARIS, P., F. ERDOGAN, *A critical analysis of crack propagation laws.* Journal of Basic. Engineering, **85**, *4*, 528—534 (1963).
92. PARIS, P. C., *The fracture mechanics approach to fatigue. Fatigue An Interdisciplinary Approach.* Syracuse University Press, 107—127 (1964).
93. PAYNE, A. O., *Determination of the fatigue resistance of aircraft wings by full-scale testing. Full-Scale Fatigue Testing of Aircraft Structures.* Edit. Platerna si Schijve-Pergamon Pres, 76—132 (1961).
94. RICE, J. R., E. J. BROWN, *Discussion.* Fatigue — An Interdisciplinary Aproach Syracuse University Press, 202—206 (1964).
95. RICHARD Jr. F. E., N. M. NEWMARK, *An hypothesis for the determination of cumulative damage in fatigue.* Proceedings ASTM, **48**, 767—798 (1948).
96. SACHS, G., V. WEISS, *Beitrage zur Kurzzeitermüdung.* Zeitschrift für Metallkunde, **53**, 37—47 (1962).
97. SAFTA, V., A. BERNATH, *Contribuții la determinarea rezistenței la oboseală prin încercarea cu încărcare continuă progresivă.* St. cerc. Șt. tehnice, **10**, *1*, 49—56 (1963).
98. SAȘIN, M. JA., *Vlianie ţiclicescaia peregruzoc i nedogruzok na ustalosti metallov.* Jurn. Tehn. Fiziki, **25**, 1184—1193 (1951).
99. SCHARTON, T. D., S. M. CRANDALL, *Fatigue failure under complex stress histories.* ASME Paper, **65** — Met. *3* (1965).
100. SCHIJVE, J., F. A. JACOBS, *Research on cumulative damage in fatigue of rivited aluminium alloy joints.* Nat. Aeron. Res. Inst. Amsterdam Rep. M., 1999 (1956).
101. SCHIJVE, J., *Fatigue crack propagation in light alloy sheet material and structure.* NLR Report MP 195 Nat. Aerospace Laboratory — Amsterdam; in Advances in Aerinautical Science, **3**, Pergamon Press 1962, 387 (1960).
102. SCHIJVE, J., D. BROEK, P. DE RIJK, *Fatigue-crack propagation under variable amplitude loading.* NLR Report M 209 Nat. Aero- and Astronautical Research Institute, Amsterdam (1961).
103. SCHIJVE, J., *Significance of fatigue cracks in microrange and macro-range.* Fatigue Crack Propagation, ASTM STP 415—457 (1967).
104. SCHJELDERUP, H. C., *Accumulative fatigue damage caused by randon loading.* Journal of the Aero-Space Science, **26** (June) 394—395 (1959).
105. SERENSEN, S. W., *On the endurance of cast iron and steel under repeated loading of varying amplitude.* Proc. Intern. Conf. on Fatigue of Metals, IME-ASME — LONDON, 310—316 (1956).
106. SERENSEN, S. W., L. A. KOZLOV, *Lineinai interpretația nakoplenia povrejdenia i haracteristiki soprotivlenia ustalostnomu i dlitelinomu staticeskomu razruşenia.* Zav. Lab. **11**, 1378—1392 (1958).
107. SERENSEN, S. W., E. G. BUGLOV, *O procinosti detalei v sviazi s veroiatnostnîm predstavleniem o nagrujennosti i harakteristikah ustalosti.* Vetnik Maşinostroenia, *11*, 23—32 (1960).
108. SERENSEN, S. W., V. P. KOGAEV, R. M. SNEIDEROVICI, *Nesuşciai spososnosti i rasciot detalei maşin na procinosti.* Gosud Naucino-Tehn. Izd. Maşinostr. Lit. Miskva (1963).
109. SHANLEY, F. R., *A theory of fatigue based on unbonding during reversed slip.* The Rand. Corp. Report. 350 (1952).
110. SMITH, P. W. JR., C. J. MALME, *Fatigue tests of a resonant structure with random excitation.* Journ. of the Acoust. Society of America, **35**, *1*, 43—46 (1963).

111. Spitzer, R., H. T. Corten, *Effect of loading sequence on cumulative fatigue damage of 5075-T 6 aluminium allog.* Proc. ASTM **61** (1961), 719—731 (1961).
112. Swanson, S. R., *An improved law of cumulative damage in metal fatigue.* The College of Aeronautics Report No. 148, Cranfield-England (1961).
113. Topper, M. T., B. I. Sandor, Jo. D. Morrow, *Cumulative fatigue domage under cyclic strain control.* Journal of Materials, *4*, *1*, 189—199 (1969).
114. Valluri, S. R., *A unified engineering theory of high stress level fatigue.* Aeroscope Engineering (October) 18—19 şi 68—88 (1961).
115. Valluri, S. R., *Some recent developments at „GALCIT" concerning a theory of metal fatigue.* Acta Metallurgica, **11**, *7*, 759—795 (1963).
116. Weibull, W., *The propagation of fatigure cracks in light-alloy plates.* SAAB Aircraft Company TN 25 — Linköping (1954).
117. Weibull W., *Effects of fatigue crack length and stress amplitude on growth of fatigue cracks.* FFA Report 65 — Stockholm (1956 a).
118. Weibull, W., *Basic aspects of fatigue.* Coloquium on Fatigue. Stockholm Springer-Verlag, 289—298 (1956 b).
119. Weibull, W., *Size effects on fatigue crack initiation and propagation in aluminium sheet.* Specimens subjected to stress of nearly constant amplitude. FFA. Report. 86 — Stockholm (1960).
120. Weibull, W., *A theory of fatigue crack propagation in sheet specimens.* Acta Metallurgica, **11**, *7*, 745—752 (1963).
121. Weiss, V., J. Sessler, P. Packman, *Effect of several parameters on low cycle fatigue behaviour.* Acta Metallurgica, **11**, *7* (1963).
122. Wilkins, E. W. C., *Cumulative damage in fatigue Colloquium on Fatigue* — Stockholm. Springer-Verlag, 321—331 (1956).
123. Yokobori, T., M. Tanaka, H. Hayakawa, T. Yoshimura, S. Sasihira, *Fatigue crack propagation behaviour of mild steel and high strength steels.* Rep. Res. Inst. Strength and Fracture of Materials, Tohoku Univ., **3**, 2, 39—71 (1967).
124. Yoshimura, T., T. Yokobori, *Fatigue reliability under random loadings.* Rep. Res. Inst. Strength and Fracture of Materials, Tohoku, Univ., **3**, *6*, 95—102 (1967).

AL 9-LEA CONGRES INTERNAȚIONAL DE PREPARAREA MINEREURILOR (Praga, iunie 1970)

C. PANDELESCU

Dezvoltarea economiei unei țări fiind dependentă în mare măsură de resursele minerale de care aceasta dispune, toate țările lumii sînt interesate la o utilizare optimă a acestor resurse, și ca urmare toate acordă o atenție deosebită dezvoltării tehnicii preparării. Acest interes comun îndeamnă la o colaborare internațională cît mai strînsă, și în această privință cel de-al 9-lea Congres internațional de preparare a minereurilor de la Praga a însemnat un pas important, el reprezentînd totodată o cale pentru strîngerea legăturilor între specialiștii din numeroase țări.

Actualitatea și înalta ținută științifică a lucrărilor care au fost prezentate, precum și utilitatea practică a subiectelor tratate, sînt sursele care au generat interesul deosebit al zilelor pe care participanții la congres le-au petrecut la Praga.

Lucrările congresului au început în ziua de 1 iunie 1970 și s-au desfășurat în cadrul a opt ședințe generale ținute zilnic pînă la 6 iunie 1970.

În ședințele congresului au fost prezentate un număr de 48 comunicări grupate în opt secții : 1) *sfărîmare și clasare* ; 2) *concentrare electrostatică și magnetică* ; 3) *concentrare gravitațională* ; 4) *flotație* ; 5) *hidrometalurgie* ; 6) *desecare și epurare a apelor reziduale* ; 7) *preparare la cald* ; 8) *controlul și automatizarea proceselor de preparare.*

În afară de comunicările reprezentate verbal de autorii respectivi, au mai fost reținute încă 18 care au fost publicate și discutate în ședințele congresului.

În cadrul congresului a fost organizat de asemenea un simpozion asupra aglomerării minereurilor, ale cărui lucrări s-au desfășurat în trei ședințe, fiind prezentate și discutate 18 comunicări.

Secția sfărîmare, clasare. Majoritatea comunicărilor prezentate, abordînd unele probleme teoretice ale procesului de sfărîmare, au constituit în final contribuții la lămurirea unor aspecte cu caracter practic-aplicativ, privind funcționarea mașinilor de sfărîmare. Astfel,

— *Studiul caracterului desfacerii mineralelor prin diferite procedee de măcinare* (S. Denev, D. Subașki, R. Stoiteva — Bulgaria) s-a încheiat cu unele concluzii interesante privind funcționarea morilor cu bile, cu bare și autogene.

— *Studiul comportării la măcinare uscată și umedă în mori cu bile a unui ansamblu de granule* (E. v. Szantho, N. Fuhrmann, M. Korn, L. Rolf — R.F. a Germaniei) a urmărit influența principalilor parametri ai măcinării asupra caracteristicilor granulometrice ale materialului măcinat; autorii dau o descriere matematică a procesului de măcinare, care permite a determina direct — pe baza rezultatelor încercărilor de măcinare — funcția de distribuție și funcția de selecție, legate de viteza de rotație a morii. S-a determinat apoi — prin calcul regresiv — influența diferiților parametrii asupra funcțiilor de distribuție și de selecție.

— *Studiul privind efectul măcinării asupra separării gravitaționale a unui minereu de staniu* (M. Dolezil, Z. Petrik, J. Polacek, K. Vetejska — R.S.C.) a dus la stabilirea unei relații care a permis găsirea condițiilor optime de măcinare care conduc la obținerea celor mai bune rezultate, la separarea gravitațională, la care minereul respectiv a fost supus ulterior.

Una din comunicări (W. Jacobs, F. W. Jenner, R.F. a Germaniei — Liberia) a cuprins — pe baza rezultatelor industriale obținute — o analiză detaliată a principalilor factori care influențează consumul de energie și caracteristicile produsului măcinat, la măcinarea umedă în mori autogene. O altă comunicare (T. Niitti — Finlanda) a prezentat o instalație de laborator precum și metodologia de lucru — simplă și rapidă — pentru determinarea măcinabilității unui minereu oarecare.

Secția concentrare electrostatică și magnetică. Comunicările din domeniul separării electrostatice au abordat îndeosebi unele probleme teoretice, a căror adîncire permite în final realizarea de noi progrese în acest domeniu, cu posibilități încă insuficient puse în valoare.

M. Carta și colab. (Italia) au pus în evidență în lucrarea prezentată (*Influența structurii energiei de suprafață a mineralelor la separarea electrică și flotație*) corelația dintre structura benzilor de energie superficială a mineralelor — și în particular poziția nivelului lui Fermi — și fenomenele de încărcare prin contact, precum și relația care există între poziția nivelului lui Fermi și adsorbția colectorilor. Pe această bază autorii propun unele metode de modificare în sensul dorit a poziției nivelului lui Fermi: fie metode clasice cu ajutorul reactivilor modificatori, fie alte metode fizice sau fizico-chimice (iradierea suprafețelor, acțiunea mecanică la măcinare, difuzare de diverse elemente în rețeaua cristalelor, etc.).

În legătură cu separarea electrostatică a pulberilor, T. M. Howe și M. I. Pope (Anglia) au prezentat efectul condiționării cu reactivi asupra conductivității superficiale a acestora, în condițiile unei umidități relativ ridicate.

Pornind de la mecanismul formării sarcinilor electrice pe suprafețele mineralelor în timpul electrizării prin contact, V. I. Revnivțev și colab. (U.R.S.S.) au pus în evidență mijloacele pentru realizarea unei modificări dirijate a încărcării particulelor minerale de separat (prin tratament termic, reactivi sau iradiere).

În lucrarea privind separarea selectivă a magnezitei de dolomită F. Spaldon și J. Lukaci (R.S.C.) prezintă rezultatele favorabile obținute cu un aparat de separare electrostatică, de construcție proprie, utilizînd efectul triboelectric.

Comunicările prezentate în domeniul concentrării minereurilor de fier s-au referit la un nou separator magnetic, lucrînd umed, de înaltă intensitate, pentru tratarea fracţiunilor fine a materialelor slab magnetice, prezentat de V. Hencl şi colab. (R.S.C.), precum şi la influenţa principalilor parametri care intervin la concentrarea unor minereuri de fier cu limonit şi hematit, utilizînd separarea magnetică uscată de înaltă intensitate sau separarea electrostatică, prezentat de L. Ivanier şi M. Boucraut (Franţa).

Secţia concentrare gravitaţională. Comunicările prezentate s-au referit în general la aspecte teoretice ale diferitelor procese sau fenomene care intervin în procesele de separare gravitaţională.

— Modul în care principalele variabile ce caracterizează proprietăţile reologice ale suspensiilor influenţează mişcarea relativă a particulelor solide într-o suspensie ; în acest sens autorii (F. B. Brien, L. W. Pommier, A. K. Bhasin — S.U.A.) propun modificarea ecuaţiilor vitezei şi rezistenţei ale lui Newton, prin includerea principalelor variabile ce caracterizează suspensiile : mărimea particulei solide şi proporţia volumetrică a fazei solide.

— Calculul căderii libere (pentru particule sferice), aplicînd programele unui calculator digital bazate pe relaţia între coeficientul de rezistenţă şi numărul lui Reynolds (A. K. Biswas — India).

— Studii asupra mişcării particulelor solide în maşina de zeţaj, pe baza cărora F. Spetl şi J. Puncmanova (R.S.C.) au construit o nouă maşină de zeţaj, ce prezintă avantajul scurtării drumului pe care trebuie să-l parcurgă materialul de separat.

Utilizînd o metodologie modernă de cercetare, H. Kirchberg şi D. Uhlig (R.D.G.) au adus unele contribuţii interesante la clarificarea modului de desfăşurare a mişcării în procesul zeţajului.

O singură comunicare — cu caracter aplicativ — s-a referit la prezentarea unor instalaţii de preparare, pe cale uscată şi umedă, a unor roce cu calcar şi dolomit (K. Stumpf — R.F. a Germaniei).

Secţia flotaţie. Ca şi la congresele precedente această secţie le-a depăşit pe celelalte atît prin numărul de comunicări cît şi prin amploarea discuţiilor.

Lucrările prezentate s-au axat în principal pe abordarea din noi puncte de vedere a principalelor aspecte ale desfăşurării procesului de flotaţie, precum şi pe studiul flotaţiei unor substanţe minerale utile.

Din prima categorie de lucrări — care constituie de altfel majoritatea — menţionăm următoarele :

Lucrarea lui O. S. Bogdanov şi colab. (U.R.S.S.) în cadrul căreia utilizîndu-se o metodologie modernă de cercetare (spectroscopie în infraroşu, radiometrie) s-a pus în evidenţă structura stratului de colector adsorbit la suprafaţa mineralelor, precum şi corelaţia dintre această structură şi rezultatele flotaţiei.

V. A. Glemboţki şi colab. (U.R.S.S.) analizînd unele aspecte caracteristice ale adeziunii bulelor de aer şi picăturilor de reactivi apolari la suprafaţa particulelor minerale, au semnalat influenţa favorabilă asupra acestui proces a unor factori cu acţiune destructivă asupra structurii —

şi în deosebi asupra stratelor hidrate (ultrasunetele, factorul timp-temperatură etc.), ceea ce le-a permis în final să propună o serie de metode eficace pentru intensificarea procesului de flotaţie.

În continuare vom menţiona studiile ce se încadrează pe linia modelării matematice a procesului de flotaţie.

I. Huber Panu (România) în lucrarea *Contribuţii privitoare la ecuaţiile şi metodele de calcul ale rezultatelor flotaţiei*, deduce ecuaţiile privitoare la flotaţia discontinuă, precum şi ecuaţiile corespunzătoare flotaţiei în flux continuu, în maşini multicelulare, care — aşa cum s-a arătat — sînt bine verificate de datele experimentale obţinute de autor sau de alţi cercetători. Este subliniată utilitatea acestor ecuaţii la rezolvarea multor probleme puse de practica flotaţiei, cum sînt cele privitoare la stabilirea şi dimensionarea circuitelor de flotaţie şi la controlul şi reglarea procesului.

B. Ball şi D. W. Fuerstenau (S.U.A.) examinează, în lucrarea prezentată, un model bifazic cu parametrii distribuiţi ai procesului de flotaţie, solvabil cu computerul analogic, şi aplicabil în prima etapă unui circuit simplu de flotaţie, dar care poate fi extins şi la circuite mai complexe.

H. J. Steiner (Austria), analizînd posibilitatea aplicării cineticii flotaţiei la rezolvarea unor probleme practice, a schiţat principalele caracteristici ale unui model matematic al cineticii flotaţiei, convenabil unui computer, cu care să poată fi rezolvate, cu uşurinţă, probleme practice ca aceea a dimensionării circuitelor de flotaţie.

Din categoria lucrărilor privind flotaţia unor substanţe minerale utile citĕm :

Lucrarea lui J. J. Predali (Franţa) în cadrul căreia sînt prezentate rezultatele cercetărilor privind separarea prin flotaţie cu acizi graşi a dolomitului de magnezit ; utilizînd metode de investigaţie ca aceea a potenţialului de curgere pentru determinarea potenţialului electrocinetic al mineralelor, determinarea izotermelor de adsorbţie ale colectorilor folosiţi şi flotaţia în microcelula Hallimond, autorul a pus în evidenţă parametrii (pH, colector) cei mai favorabili separării dolomită-magnezită.

G. S. Zambrana şi colab. (Bolivia) au prezentat cercetările efectuate pe un minereu bolivian cu scopul separării prin flotaţie a casiteritei de cuarţ, arătînd că această separare este posibilă prin flotarea casiteritului cu colectori anionici, la pH 7—10 ; pentru activarea casiteritului s-a folosit o sare de Pb, iar pentru depresarea cuarţului acid ascorbic.

Secţia hidrometalurgie. Majoritatea lucrărilor prezentate s-a referit la diferite procedee de valorificare pe cale hidro-metalurgică a substanţelor minerale utile, dintre care unele pînă în prezent nevalorificate sau greu valorificabile.

Astfel, A. S. Athawale şi V. A. Altekar (India) au prezentat un procedeu de valorificare chimică a unor minerale (ilmenit, cromit etc.) prin clorurare selectivă în pat fluidizat ; Y. S. Kim şi A. P. Prosser (Anglia) au prezentat procedeul ameliorat de tratare a monazitei cu alcalii, constînd din încălzirea cu un exces neînsemnat de NaOH (25%) într-un cuptor, la circa 350° C ; produsele care rezultă sînt Na_3PO_4, compuşi sodici de oxizi de pămînturi rare şi Na_2CO_3.

S. Kinchi şi colab. (Japonia), urmărind valorificarea complexă a unor laterite, au cercetat posibilitatea extragerii Ni prin prăjire sulfa-

tizantă selectivă, într-un amestec gazos cu SO_2 sub presiune, urmată de leşiere cu apă fierbinte.

Pornind de la faptul că nodulele minerale existente pe fundul oceanelor reprezintă o sursă considerabilă de mangan, nichel, cobalt şi cupru, P. T. Brooks şi colab. (S.U.A.) au executat cercetări în vederea extragerii acestor metale, pe două tipuri (unul calcaros şi unul silicios) de nodule submarine colectate din ocean, de la adîncimi de 1—4 km, de-a lungul coastelor de sud-est şi sud-vest ale S.U.A.; cercetările au arătat că prin leşiere, cu consumuri reduse de bioxid de sulf, acid sulfuric, hidrogen sulfuros sau amoniu, pot fi obţinute extracţii ridicate de Mn, Ni, Co şi Cu.

S. I. Polkin şi colab. (U.R.S.S.) au prezentat rezultatele cercetărilor de leşiere bacteriologică a arsenului şi cuprului dintr-un concentrat conţinînd 0,59% Sn, 7,21% As şi 9,61% Cu obţinut prin flotaţia unui minereu complex de sulfuri şi oxizi fin diseminate; folosind ca bacterii o cultură de Thiobacillus ferroxidans, s-a constatat posibilitatea eliminării complete a arsenului din concentrat, precum şi a extracţiei selective a cuprului.

A. P. Bodiu şi L. Soltz (România) pornind de la faptul că minereurile aurifere din nordul României conţin aur sub o gamă largă de forme (aur liber, aur legat cu sulfurile, aur legat cu oxizi de fier şi alţi oxizi, aur legat cu produse de alterare a silicaţilor), au cercetat — în laborator şi apoi la scară semiindustrială — o tehnologie combinată de valorificare a acestor, minereuri, ce comportă următoarele faze: flotaţia sulfurilor, cianuraţia rapidă (în hidrocicloane şi celule agitatoare), extracţia aurului cu ajutorul schimbătorilor de ioni (folosind un schimbător de ioni puternic bazic de fabricaţie românească: Vionit AT-1).

Secţia desecare şi epurare a apelor reziduale. Din cele patru comunicări rpezentate două au fost susţinute de delegaţi români. Astfel, P. Ilie şi D. Poduţ s-au referit la cercetările efectuate în laborator şi la scară pilot cu privire la epurarea chimică a apelor de mină şi reziduale de flotaţie din bazinul minier Maramureş, care au un conţinut ridicat de impurităţi. Pentru apele de mină, după recuperarea ocrului — valorificabil în industria vopselelor — s-a reuşit neutralizarea impurităţilor în limitele normelor impuse de standarde — folosind hidroxid de calciu. În ceea ce priveşte epurarea apelor reziduale de flotaţie, s-a cercetat posibilitatea utilizării clorurii de var, hexametafosfatului de sodiu, sulfatului feros şi hidroxidului de calciu; o epurare mai completă s-a obţinut la tratamentul cu clorură de var.

I. L. Szekely şi V. Popa, în lucrarea prezentată, după ce au scos în evidenţă importanţa compoziţiei apelor de spălare şi a temperaturii la prepararea barbotinelor de caolină, au prezentat cercetările de laborator prin care au stabilit capacitatea de adsorbţie a caolinului pentru sărurile de calciu şi magneziu prezente în apa de spălare; această capacitate pentru schimbul ionic favorizează flocularea şi respectiv decantarea. Schimbul ionic şi flocularea s-au constatat atît la apele cu duritate artificial pregătită, cît şi la apele cu duritate naturală. După cercetarea schimbului ionic s-a cercetat decantarea în funcţie de temperatură, stabilindu-se relaţiile dintre schimbul ionic, temperatură şi viteza de decantare.

Secţia preparare la cald. Au fost prezentate trei comunicări, cu caracter strict practic.

În scopul obţinerii unor indici tehnico-economici superiori la prăjirea magnetizantă a minereului de la Kremikovce, A. S. Puscarov (Bulgaria) a propus o schemă de prăjire fracţionată a minereului respectiv : fracţiunea grobă (25—5 mm) într-un cuptor rotativ şi cea fină (5—0 mm) într-un reactor cu pat fluidizat.

D. Ocepek (Jugoslavia) pe baza cercetărilor de laborator şi a datelor industriale a prezentat soluţia tehnologică adoptată la prepararea unui minereu fosfatic în scopul obţinerii unor produse de calitate superioară : calcinare în cuptoare rotative, urmată de hidratarea materialului în prealabil răcit.

Lucrarea prezentată de Ch. Prasky (S.U.A.) s-a referit la cercetările efectuate cu scopul stabilirii de noi posibilităţi de utilizare a fierului vechi : prăjirea minereurilor de fier nemagnetice sărace, utilizînd ca agent reducător fierul metalic sub formă de fier vechi, cu formarea de magnetită artificială; tratamentul fierului vechi (de exemplu caroserii de automobile vechi) în cuptoare rotative, fără adaos de minereu de fier, pentru a obţine oxid de fier de calitate ridicată şi deşeuri de oţel de puritate înaltă.

Secţia de control şi automatizare a proceselor de preparare. Cele patru comunicări prezentate s-au referit la diferite aspecte legate în deosebi de controlul în instalaţiile de preparare. Astfel, J. R. Riede (S.U.A.) şi J. T. Sniezek (Canada) au făcut o prezentare a echipamentului şi sistemelor moderne de cîntărire utilizabile în industria preparării minereurilor.

K. Tomita şi colab. (Japonia) au arătat posibilitatea realizării unui control continuu, prin determinarea conţinutului de Cu, Pb, Zn, Fe şi Ba în tulbureala de flotaţie prelevată din nouă puncte de probare; din circuitul de flotaţie „Kuroko", utilizînd un analizor fluorescent radiografic cu şase canale şi funcţionare continuă.

G. F. Brookes şi colab. (Anglia) au descris aplicarea unui ordinator digital la controlul circuitului închis măcinare-clasare.

P. Gy (Franţa) a analizat — pe baza unui model al probării echiprobabile — diferitele tipuri de erori care intervin în timpul probării minereurilor, indicînd pentru fiecare din aceste erori, condiţiile în care ele pot fi, fie reduse, fie suprimate.

Simpozionul asupra aglomerării. Comunicările prezentate în cadrul acestui simpozion au abordat o gamă variată de probleme legate de procesul aglomerării, privind în deosebi căile pentru realizarea de aglomerate cu proprietăţi superioare, precum şi unele tendinţe noi în construcţia instalaţiilor de aglomerare.

Menţionăm astfel : lucrarea prezentată de A. V. Smorodinnikov şi colab. (U.R.S.S.) privind obţinerea aglomeratelor de calitate înaltă prin stabilizare naturală şi întărire termică; lucrarea lui P. G. Kihlstedt (Suedia) în care după ce se face un istoric al metodelor de aglomerare aplicate în metalurgia suedeză, se prezintă o nouă tehnică de aglomerare la rece utilizînd tratarea în autoclave cu vapori; lucrarea lui M. Boucraut

și colab. (Franța) în care după ce se arată diferența de comportare la peletizare a minereurilor limonitice față de minereurile și concentratele bogate, se prezintă — pe baza cercetărilor duse pînă la scara semi-industrială — soluția tehnologică optimă pentru peletizarea minereurilor limonitice (utilizarea unui peletizor tambur echipat cu un sistem special de alimentare); lucrarea lui V. S. Sastry și D. W. Fuerstenau (S.U.A.) în cadrul căreia s-a pus în evidență influența principalilor factori ai peletizării (masa încărcării, viteza tamburului, conținutul în apă, adaosul de bentonită) asupra peletizării unor concentrate de taconite, într-un peletizor tambur de laborator.

A. A. Dor și colab. (S.U.A.) după ce au făcut o prezentare a evoluției tehnologiei peletizării, punînd în evidență tendințele acestei evoluții, au analizat, comparativ, costurile diferitelor procese, arătînd că cu ponderea cea mai mare intervin salariile, cheltuielile cu energia, ca și cele legate de combustibil și liant.

Primit la redacție la data de 17 octombrie 1970

L. DOBRESCU, *Fenomene de suprafață la metale și aliaje* (Ed. Academiei R.S.R.), 442 pag., 221 fig., 1970.

Lucrarea *Fenomene de suprafață la metale și aliaje* de dr. doc. Luigi Dobrescu, se prezintă ca o amplă monografie a stadiului actual al cunoștințelor asupra fenomenelor superficiale la metale și aliaje în stare topită și solidă și aplicațiile acestora într-o serie de procese metalurgice și fizico-chimice.

Considerăm că lucrarea este deosebit de actuală și bine venită, deoarece în domeniul fenomenelor superficiale care se produc la suprafața metalelor și aliajelor s-au scris foarte puține lucrări de sinteză, spre deosebire de alte domenii ale chimiei suprafețelor. Prin aceasta ea acoperă un domeniu foarte puțin abordat în literatura noastră de specialitate umplînd un gol de mult resimțit.

Prin modul de tratare teoretică a fenomenelor superficiale de la suprafața metalelor și aliajelor, precum și a aplicațiilor practice deosebit de importante ale acestora, lucrarea se adresează unui mare număr de cititori.

Scrisă la un nivel superior lucrarea este destinată îndeosebi inginerilor și cercetătorilor metalurgiști și specialiștilor care lucrează în domeniul fizico-chimiei suprafețelor metalelor și aliajelor; de asemenea ea prezintă un bogat material documentar și pentru specialiștii din alte domenii (prepararea minereurilor, a materialelor de construcții etc.) precum și pentru studenți.

Lucrarea este împărțită în cinci părți:

În prima parte se face o prezentare succintă a principalelor fenomene care apar în metalurgie sau unele procese în care sînt folosite metalele.

În partea a doua se tratează structura metalelor și a suprafețelor lor. În capitolele din această parte, care sînt dezvoltate în general după un plan judicios, se remarcă tendința de a prezenta pe lîngă problemele care derivă direct din subiectul lucrării, și unele probleme conexe.

În partea a treia sînt tratate fenomenele de la suprafața metalelor și aliajelor topite și este divizată în 5 capitole care reușesc să cuprindă atît problemele teoretice privitoare la natura și caracteristicile fenomenelor superficiale la interfețele metal topit-gaz, metal-topit-altă topitură metal topit-corp solid, precum și un bogat material experimental luat din literatură (în special din lucrările privind fenomenele superficiale la metale ale lui Semencenko și Kunin).

În primele capitole ale acestei părți sînt date definițiile tensiunii superficiale pe baza teoriilor mecanice, termodinamice, statistice și electronice.

Subliniind greutățile experimentale la determinarea tensiunii superficiale a metalelor și aliajelor lichide, autorul arată studiile întreprinse de diverși cercetători pentru găsirea unor relații de calcul teoretice sau empirice ale tensiunii superficiale a metalelor, precum și rezultatele existente în literatură în acest domeniu.

O importanță specială se acordă dependenței tensiunii superficiale a topiturilor metalice de unele proprietăți intensive (temperatură, presiune, poziție și sistemul periodic etc.) precum și descrierii metodelor de determinare a tensiunii superficiale a metalelor topite.

De real folos pentru documentare sînt datele experimentale obținute de diverși cercetători, care sînt prezentate sintetic după modelul folosit în lucrări similare străine.

În capitolele următoare sînt descrise fenomenele care au loc la suprafeţele metal topit-gaz, metal topit altă topitură şi metal topit-corp solid. În legătură cu aceste fenomene sînt prezentate pe lîngă aspectele teoretice şi multe rezultate obţinute de diverşi cercetători, privind influenţa lor asupra unor procese aplicate în practică. Trebuie remarcat efortul autorului de a prezenta în mod succint pe lîngă teoriile clasice ale adsorbţiei în faza lichidă şi teoria *momentului generalizat* a lui Semencenko şi care şi-a găsit multe aplicaţii în practică la elaborarea aliajelor, în procesele de transformare a fazelor etc.

Partea a patra este rezervată proceselor care au loc la suprafaţa metal solid şi o altă fază (gaz, lichid, solid). Sînt prezentate fenomenele care au aplicaţii în cataliză (adsorbţia la suprafaţa metal-gaz) fenomenele de udare, de lubrefiere, fenomenele de frecare, uzură etc.

Multitudinea fenomenelor abordate în această parte nu a permis autorului decît o prezentare succintă a diferitelor probleme. Cu toată această îngrădire autorul a reuşit, ca prin folosirea celor mai recente ipoteze din specialitate să facă o expunere clară şi precisă. Regretăm lipsa unui capitol privind descrierea aplicaţiei fenomenelor de udare la flotaţia metalelor native şi la amalgamare.

Partea a cincea este rezervată unor capitole privind fenomenele electrocapilare şi de termoemisie electronică. Includerea unor astfel de probleme, tratate extrem de sumar, indică dorinţa autorului de a ilustra sfera complexităţii fenomenelor superficiale şi de a pune la dispoziţia cititorilor un minimum de material necesar pentru înţelegerea unor capitole tratate anterior (de exemplu cel privitor la calculul tensiunii superficiale a metalelor pe baza teoriei electronice).

Bibliografia lucrării care cuprinde peste 450 titluri este deosebit de utilă pentru documentarea cititorilor de specialitate.

FLOREA OPREA

Sanda Oprea

CU PRIVIRE LA PROCESELE CARE AU LOC LA ÎNCĂLZIREA OȚELURILOR PENTRU TRATAMENTELE TERMICE ÎN ATMOSFERĂ CONTROLATĂ

În cadrul lucrării se arată mecanismul principalelor procese fizico-chimice care condiționează fenomenul de decarburare la încălzirea oțelurilor în atmosferă controlată. Se arată că potențialul carbon al atmosferei de gaz protector pentru un anumit oțel și o temperatură dată, este condiționat de schimbarea raportului dintre componenții de carburare (CO, CH_4 etc.) și cei de decarburare (CO_2, H_2, H_2O) din atmosfera cuptorului. Rezultatele experimentale sînt interpretate pe baza principiilor de matematică statistică, un rol important avînd metoda analizei regresive și corelative. S-a stabilit că la temperaturi medii (circa 850° C) fenomenul de decarburare este controlat de procesele de pe interfața atmosfera gazoasă-metal. La temperaturi mai ridicate decarburarea a fost influențată în mai mare măsură de factorii de difuzie, variația conținutului de carbon al oțelurilor trecînd din domeniul cinetic în cel intermediar.

St. cerc. metalurg., Tom. 16, Nr. 1, 1971, p. 3—12

Fl. Oprea, D. Taloi, P. Moldovan

MECANISMUL SOLUBILIZĂRII ÎN AUTOCLAVĂ A MONOSULFURILOR DE CUPRU

În lucrare se studiază mecanismul și cinetica solubilizării Cu_2S în acid sulfuric sub presiune de oxigen, stabilindu-se rolul important pe care îl are temperatura, presiunea parțială a oxigenului, catalizatorii și aciditatea soluției asupra procesului.

S-a stabilit că solubilizarea Cu S, care este un semiconductor de tip *n*, decurge în două etape : în prima se oxidează și trece în soluție cantitatea de cupru în exces față de CuS, iar în etapa a doua are loc o solubilizare lentă, după o reacție de ordinul zero, a CuS obținut în prima etapă.

S-a constatat că adaosul de ioni catalitici (Fe^{2+}) contribuie la accelerarea procesului de dizolvare deoarece, prin modificarea nivelului Fermi, contribuie la creșterea numărului de molecule de oxigen chemosorbite, la echilibru (N_{0_2}, a) pe suprafața semiconductorului : $N_{0_2,\,a} = \left[\frac{\varkappa}{2\pi 1} \cdot n_0 \cdot V_f\right]^{1/2}$

Creșterea pronunțată a reactivității CuS la adaosul de catalizator confirmă faptul că oxidarea în autoclavă poate avea la bază un mecanism galvanic.

St. cerc. metalurg., Tom. 16, Nr. 1, 1971, p. 13—26

I. Tripșa, C. Pumnea, C. Frențiu

CONTRIBUȚII LA STUDIUL ACTIVITĂȚII TERMODINAMICE A OXIGENULUI ÎN BĂILE TOPITE DE FIER ȘI OȚEL, CU AJUTORUL PILELOR ELECTROCHIMICE CU ELECTROLIT SOLID

Obiectul studiului de față este stabilirea unei metode rapide pentru determinarea activității termodinamice a oxigenului, $a\,[O]$ în băile topite de fier sau oțel.

Metoda propusă pentru determinarea rapidă a $a_{[O]}$ se bazează pe măsurarea potențialului electric dezvoltat într-o pilă electrochimică, alcătuită din electrozi (Pt—W), separați printr-un electrolit solid din ZrO_2—CaO, caracterizat printr-o conductibilitate ionică ridicată.

Cunoscînd valoarea potențialului electric (f.e.m.) se determină $a_{[O]}$, respectiv conținutul de oxigen în baia metalică, [% O] prin folosirea legii lui Nernst.

În lucrare sînt prezentate mai multe tipuri de pile electrochimice pentru determinări periodice și continue, experimentate în fază de laborator, precum și unele cu aplicații industriale.

Pilele electrochimice pentru determinarea $a_{[O]}$ pot avea numeroase aplicații în activitatea de cercetare și în practica uzinală.

St. cerc. metalurg., Tom. 16, Nr. 1, 1971, p. 27—41

Mircea Rațiu, Nicolaie Fîntînaru, Silviu Tîrnea

CONDIȚIILE DE SOLICITARE DIN CORPUL DINAMOMETRELOR INELARE

În baza unei analize teoretice a solicitărilor din inelele dinamometrice se diferențiază influența configurației geometrice în ansamblu a corpului asupra stării de tensiune provocată, definită univoc prin valorile raportate : suplețea și zvelțețea pereților. Solicitările se mențin într-un singur plan la pereții zvelți, cu încărcare repartizată cvasiuniform pe întreaga lățime, iar tensiunile din secțiunile tranversale variază liniar, la pereți subțiri, respectiv hiperbolic, la pereți groși.

Formulele de calcul a tensiunilor și deformațiilor, stabilite teoretic pentru diverse ipoteze simplificatorii a variației profilului inelului sînt confruntate cu rezultatele unor ample investigații extensometrice executate cu trei dinamometre sub acțiunea unor încărcări singulare și repetate. Se evidențiază limitele de reproductibilitate elastică a deformațiilor în situația specifică a inelelor, în prezența efectului de sprijinire dintre straturi și a concentratorilor de tensiune.

St. cerc. metalug., Tom. 16, Nr. 1, 1971, p. 43—55

T. Sălăgean, M. Hrelescu, Clara Boarnă,
D. Deheleanu

COMPORTAREA METALURGICĂ LA SUDARE A OȚELULUI PD

Se face o analiză a comportării metalurgice la sudare a oțelului *PD*, bazată pe: cercetarea plasticității zonei influențate termic, tendința spre îmbătrînire și tendința spre fisurație. Rezultatele obținute sînt comparate cu cele de la oțeluri similare produse în alte țări. Concluzia este că oțelul *PD* are o comportare la sudare cel puțin egală cu a oțelului internațional *HT—50*.

St. cerc. metalurg., Tom. 16, Nr. 1, 1971, p. 57—74

D. Cioclov

DEGRADAREA CUMULATIVĂ A METALELOR PRIN SOLICITĂRI REPETATE

Stadiul actual al cercetărilor, Partea a II-a

În lucrare se face o analiză a rezultatelor cercetărilor experimentale și teoretice privind degradarea metalelor prin solicitări repetate. În această parte a lucrării se expune conceptul fenomenologic de degradare, în formularea dată de autor, se face o prezentare critică a criteriilor fenomenologice de degradare cunoscute. Se analizează ipotezele care stau la baza criteriilor fenomenologice, precum și concordanța lor cu experiența. S-a conclus că un nou criteriu de degradare cumulativă propus de autor este într-o mai bună concordanță cu experiența decît criteriile analizate și oferă posibilități pentru dezvoltarea unor noi metode de calcul mai economice, cu grad sporit de fiabilitate și cu caracter de largă aplicabilitate. În final se analizează perspectivele dezvoltării criteriilor de degradare cumulativă, pe linia integrării aspectelor fenomenologice, probabiliste și fizice într-o interpretare mică.

St. cerc. metalurg., Tom. 16, Nr. 1, 1971, p. 87—109

Galina Mîndru, Elena Popescu, A. Zuda,
Corina Bucăloiu

CONTRIBUȚII LA STUDIUL INFLUENȚEI PRELUCRĂRII SUPRAFEȚEI ASUPRA COROZIUNII OȚELULUI TIP 1×18 H 10 T, ÎN APĂ, LA TEMPERATURĂ RIDICATĂ

Lucrarea tratează problema comportării la coroziune a oțelului tip 1×18 H 10 T în apă la temperatura de 300° C și presiunea 87 atm., în funcție de modul de prelucrare a suprafeței.

Se prezintă aparatura și tehnica experimentală folosită precum și rezultatele cercetărilor efectuate. Se arată că după o perioadă de 1026 de ore de încercări de coroziune o prezintă probele polisate electrolitic.

Modificarea redusă a valorilor proprietăților mecanice constatată pe probe neprelucrate, demonstrează că oțelul 1×18 H 10 T nu prezintă tendință spre coroziune intercristalină.

Toate probele, indiferent de starea inițială a suprafeței se încadrează în clasa de stabilitate II din scara rezistenței la coroziune a metalelor.

St. cerc. metalug., Tom. 16, Nr. 1, 1971, p. 75—85

Revista *„Studii și cercetări de metalurgie"* publică rezultate originale ale cercetărilor din domeniul larg al metalurgiei, sub formă de articole, comunicări sau note. Revista mai cuprinde și rubricile: referate, discuții, recenzii, informații și altele. Temele abordate constituie cele mai recente realizări științifice și tehnice.

RECOMANDĂRI PENTRU AUTORI

1. **Structura lucrării:**

a) Introducerea va situa lucrarea pe fondul cunoștințelor actuale, va desemna obiectivele și va indica metodele utilizate;

b) Tratarea (despărțită pe subcapitole, numerotată după clasificarea zecimală), va preciza premisele, ipotezele, simplificările adoptate și va discuta rezultatele, erorile, posibilitățile și comoditatea aplicării deducerilor matematice;

c) Concluziile vor sintetiza rezultatele obținute, limita lor de valabilitate și aplicațiile posibile;

d) Bibliografia după standardele în vigoare.

2. Forma lucrării:

a) Lucrările se predau în două exemplare dactilografiate la două rînduri (2 000 semne pe pagină), inclusiv exemplarul original fără corecturi, intervenții, pe hîrtie velină;

b) Figurile pe calc, un exemplar;

c) La începutul lucrării se trece clasificarea zecimală internațională;

d) Volumul lucrării circa 15 pagini.

Se primesc numai lucrări originale.

★

Manuscrisele se trimit Comitetului de redacție, București, Calea Victoriei 125 (Secția de științe tehnice).

LUCRĂRI APĂRUTE ÎN EDITURA ACADEMIEI REPUBLICII SOCIALISTE ROMÂNIA

1971 AUG 2

GH. BUZDUGAN, **Dinamica fundaţiilor de maşini**, 1968, 368 p., 24 lei.

A. MILLION şi C. MILLION, **Hidrogenul în oţeluri** şi în îmbinări sudate, 1968, 355 p., 27 lei.

I. S. GHEORGHIU şi AL. FRANSUA, **Tratat de maşini electrice**, vol. I, **Maşini de curent continuu**, 1968, 412 p. 27, lei.

R. C. BOGDAN şi DAN LARIONESCU, **Analiza armonică complexă şi mecano-electrică a mecanismelor plane**, 1968, 432 p., 29 lei.

V. N. CONSTANTINESCU, **Aplicaţii industriale ale lagărelor cu aer**, 1968, 282 p., 16,50 lei.

MIRCEA SOARE, **Aplicarea ecuaţiilor cu diferenţe finite la calculul plăcilor curbe subţiri**, 1968, 622 p., 33 lei.

TR. SĂLĂGEAN, I. VAS şi D. POPOVICI, **Plasma termică la sudarea, tăierea şi acoperirea metalelor**, 1969.

LUCIAN Z. DUMITRESCU, **Cercetări în tuburile de şoc**, 1969, 306 p., 21 lei.

ANDREI RIPIANU, **Mişcările vibratorii ale arborilor drepţi şi cotiţi**, 1969, 483 p., 30 lei.

F. DINCĂ şi C. TEODOSIU, **Vibraţii neliniare şi aleatoare**, 1969, 462 p., 24 lei.

V. VISARION şi C. STĂNESCU, **Calculul stărilor de tensiune în teoria plăcilor curbe**, 1969, 714 p., 32 lei.

C. ŞORA, **Introducere în studiul generatorului Hall**, 1969, 310 p., 18,50 lei.

LUIGI DOBRESCU, **Fenomene de suprafaţă la metale şi aliaje**, 1970, 442 p., 29 lei.

AL. MARINESCU, **Metode, aparate şi instalaţii de măsură în aeromecanică**, 1970, 356 p., 24,50 lei.

I. S. GHEORGHIU şi ALEXANDRU FRANSUA, **Tratat de maşini electrice**, vol. II, **Transformatoare**, 1970, 462 p., 30 lei.

G. V. VASILIEV, **Torsiunea structurilor elastice cu pereţi subţiri**, 1970, 240 p., 11,50 lei.

ALEXANDRU VAICUM, **Fundaţii încastrate**, 1970, 302 p., 21,50 lei.

REVISTE APĂRUTE ÎN EDITURA ACADEMIEI REPUBLICII SOCIALISTE ROMÂNIA

STUDII ŞI CERCETĂRI DE MECANICĂ APLICATĂ
STUDII ŞI CERCETĂRI DE ENERGETICĂ ŞI ELECTROTEHNICĂ
STUDII ŞI CERCETĂRI DE METALURGIE
REVUE ROUMAINE DES SCIENCES TECHNIQUES
— SÉRIE DE MÉCANIQUE APPLIQUÉE
— SÉRIE D'ÉLECTROTECHNIQUE ET D'ÉNERGÉTIQUE
— SÉRIE DE MÉTALURGIE

ST. CERC. METALURG. TOM. 16, Nr. 1, 1971

I. P. I. c. 2303

43 834

Lei 35

F1162

REFERATIVA

STUDII ȘI CERCETĂRI DE METALURGIE

TOMUL 16, Nr. 2, 1971

EDITURA ACADEMIEI REPUBLICII SOCIALISTE ROMÂNIA

COMITETUL DE REDACȚIE

Redactor șef: prof. I. HUBER-PANU, membru corespondent al Academiei R. S. România; *Redactor șef adjunct*: dr. ing. TR. SĂLĂGEAN; *Membri*: prof. L. BOLEANȚU — Timișoara; prof. A. DOMȘA — Cluj; ing. A. IEREMIA — Reșița; prof. ȘT. MANTEA — București; ing. C. PANDELESCU — București; prof. VL. POPOVICI — Timișoara; dr. ing. M. RAȚIU — Timișoara; prof. I. TRIPȘA — — București; *Secretar științific de redacție*: ing. V. SAFTA.

În țară, abonamentele se primesc la oficiile poștale, agențiile poștale, factorii poștali și difuzorii de presă din întreprinderi și instituții.

Comenzile de abonamente din străinătate se primesc la „Întreprinderea de comerț exterior — Libri", Căsuța poștală 134—135 (Calea Victoriei 126), București, România.

La revue „Studii și cercetări de metalurgie" paraît 2 fois par an. Toute commande à l'étranger sera adressée à „Întreprinderea de comerț exterior-Libri". Boîte postale 134—135, Bucarest — Roumanie.

Manuscrisele, cărțile și revistele pentru schimb, precum și orice altă corespondență se trimit la Comitetul de redacție pe adresa: Academia R.S.R., Cal. Victoriei nr. 125, București (Secția de științe tehnice),

STUDII ȘI CERCETĂRI DE METALURGIE
Apare de două ori pe an

R. 7
Tf. 12

BUDAPEST MŰSZAKI KÖNYVTÁR 1883

STUDII ŞI CERCETĂRI DE METALURGIE

Tom 16 nr. 2 1971

SUMAR

Pag.

PREPARAREA MINEREURILOR

C .PANDELESCU, Cercetări privind determinarea posibilităţilor de floculare selectivă a minereurilor foarte fine 123

METALURGIE FIZICĂ

P. TUDORAN, ŞT. MANTEA, Cercetări privind influenţa alierii cu azot şi aluminiu asupra proprietăţilor mecanice ale oţelului 35M16 145
T. DULĂMIŢĂ, L. CINCĂ, E. FLORIAN, Algoritm pentru determinarea gradientului de structuri în secţiunea produselor metalice tratate termic 155
N. GERU, M. URSACHE, D. CHIRCĂ, Cercetări roentgenostructurale asupra transformărilor care se produc la călirea şi revenirea oţelurilor de construcţii Cr- Ni-Mo 169
HILDA HUBERT, Influenţa deformării plastice la rece a martensitei dintr-un oţel cu 12% Cr asupra mecanismului transformărilor la revenire 179
E. CAZIMIROVICI, Cercetări cu privire la determinarea condiţiilor de frecare la laminarea la rece cu viteze ridicate 193

ÎNCERCĂRI DE MATERIALE METALICE

V. SAFTA, L. VARGA, Influenţa defectelor de sudare asupra susceptibilităţii la fisurare a îmbinărilor cap la cap 201
L. BOLEANŢU, N. NEGUŢ, E. JUNG, Efectul lubrificării asupra durabilităţii unor cabluri de tracţiune 209

PROBLEME METALURGICE ALE SUDĂRII

TR. SĂLĂGEAN, M. RAŢIU, CLARA BOARNĂ, Analiza calităţii execuţiei sudurilor de montaj la tablierul metalic al podului peste Dunăre de la Giurgeni-Vadul Oii 217

LUCRĂRI DE SINTEZĂ

TR. SĂLĂGEAN, CLARA BOARNĂ, D. DEHELEANU, E. TRINGL, R. POPESCU, Cercetări privind comportarea metalurgică la sudare a unor oţeluri slab aliate fabricate în R. S. România 227

RECENZIE

CERCETĂRI PRIVIND DETERMINAREA POSIBILITĂȚILOR DE FLOCULARE SELECTIVĂ A MINEREURILOR FOARTE FINE

CORNELIU PANDELESCU
Institutul geologic

Cercetările au fost executate cu cuarț, calcită și galenă aflate sub formă de amestecuri bi- și tri-minerale. Mai întîi au fost executate experimentări asupra mineralelor individuale, prin care, pe baza determinărilor de potențial zeta făcute și a încercărilor cu floculanți polimeri de diferite tipuri, în diferite condiții (concentrații, pH) au fost determinate posibilitățile de floculare cu polimeri sintetici ale mineralelor respective. În continuare, pe baza rezultatelor obținute cu mineralele cercetate individual, au fost executate experimentări cu aceleași minerale aflate în amestec, care au permis în final stabilirea posibilităților de floculare selectivă cu polimeri sintetici a fiecăruia din mineralele cercetate.
Experimentările executate au permis ca pe lîngă principiile ce stau la baza realizării floculării selective, să fie puși în evidență o serie de factori de natură chimică (coagularea reciprocă) și fizică (mărimea floccanelor, densitatea suspensiei, raportul dintre componenții minerali prezenți, aplicarea mai multor stadii) determinanți pentru desfășurarea acestui proces.

A. GENERALITĂȚI

Necesitatea dezvoltării unor noi tehnici de preparare a particulelor minerale fine a fost des subliniată în ultimii ani. Actualele tehnici ale preparării minereurilor — cu excepția leșierii — sînt fie ineficace, fie devin din ce în ce mai puțin eficace în cazul particulelor cu diametrul sub 15—20 μm.

Cunoscînd eforturile depuse și realizările obținute pe linia extinderii domeniului de aplicare a flotației (ex. flotația cu aer degajat din soluție [1], [2]), precum și a metodelor de concentrare gravitațională (ex. masa de concentrare Mozeley [3]), pare puțin probabil ca limita inferioară a mărimii particulelor minerale prelucrabile prin metodele clasice ale preparării, să fie coborîtă sub 5—10 μm.

Pentru obținerea de progrese mai însemnate în acest domeniu se impune deci, ca pe lîngă eforturile ce se fac în scopul perfecționării metodelor clasice de preparare, atenția să fie îndreptată îndeosebi spre crearea de noi metode.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 123—144, 1971

Un procedeu asupra căruia a fost îndreptată atenţia în ultima vreme este floculareа selectivă, prin care, în cazul unui minereu foarte fin, se realizează aglomerarea unuia din componenţi, care devine astfel mai uşor separabil.

Ideea folosirii unui reactiv în scopul aglomerării selective a particulelor fine, astfel ca ele să poată fi tratate prin una din tehnicile obişnuite ale preparării minereurilor, nu este nouă. În literatura de specialitate din ultimii 40—50 ani există referiri asupra acestui subiect [4], [5], [6], [7], [8].

Faptul că procedeele respective nu şi-au găsit în prezent o aplicare industrială, ajungîndu-se cu cercetările numai în unele cazuri, în fază pilot [8], se datoreşte în mare măsură ordinului de mărime mic al vitezelor de depunere realizate.

Utilizarea cu succes, în ultimii ani, a floculanţilor polimeri, a permis, între altele, realizarea unor viteze de depunere mai ridicate, ceea ce a dus la extinderea rapidă a acestora ; totodată au fost abordate şi cercetări asupra proprietăţilor selective ale floculanţilor de acest tip, în scopul stabilirii posibilităţilor de utilizare a lor la separarea minereurilor fine.

Astfel, într-o lucrare recentă, Usoni şi colab. [9] au prezentat cercetările efectuate cu patru tipuri diferite de floculanţi polimeri, asupra unor suspensii de minerale pure. Experimentările de floculare au fost executate la mai multe valori ale pH-ului, cu diferite concentraţii ale floculanţilor. Pentru a pune în evidenţă influenţa pH-ului asupra floculării mineralelor pure, a fost determinată, în fiecare caz, cantitatea de solid rămas în coloana de lichid de o anumită înălţime, după un timp de depunere fixat, utilizîndu-se o funcţie a diferenţei dintre cantităţile determinate cu şi fără adaos de floculant, care a fost denumită „putere de floculare". Datele obţinute au permis trasarea unor diagrame putere de floculare-concentraţie de floculant, pe baza cărora autorii au putut indica condiţiile probabile în care mineralele cercetate, puse în amestec, ar putea fi separate. Au fost executate apoi experimentări pe amestecuri minerale sintetice binare ; contrar însă celor reieşite din prima serie de experimentări, în aceste cazuri au fost obţinute numai separări parţiale. Autorii au studiat apoi posibilitatea utilizării floculanţilor polimeri pentru aglomerarea şlamurilor înaintea flotaţiei, în scopul îmbunătăţirii rezultatelor acesteia. Au fost obţinute, de asemenea numai parţial, rezultate favorabile ; acestea nu pot fi însă atribuite exclusiv capacităţii floculanţilor respectivi de a forma agregate flotabile de particule fine, un efect pozitiv putînd deriva şi din interacţiunea dintre floculant şi colector pe suprafeţele minerale, care poate duce la formarea de complecşi cu acţiune colectoare sporită [10].

Read [11] cercetînd separarea prin floculare selectivă a unui amestec sintetic hematită-feldspat (fineţea < 20 μm), a indicat posibilitatea realizării acesteia, fie prin floculareа hematitei cu o poliacrilamidă puternic hidrolizată, fie prin floculareа feldspatului cu o poliacrilamidă slab hidrolizată, de greutate moleculară similară primei, în condiţii similare de pH şi concentraţie de electrolit.

B. CONSIDERAŢII ASUPRA FLOCULĂRII SUSPENSIILOR MINERALE CU POLIMERI SINTETICI

Polimerii sintetici utilizaţi la floculareа suspensiilor de minerale fine se caracterizează prin greutate moleculară ridicată, solubilitate în apă, structură lineară. În mod obişnuit ei sînt eficace la concentraţii foarte mici [12].

Cercetările efectuate pînă în prezent — multe dintre ele cu rezultate contradictorii — nu au dus la stabilirea unei teorii unitare privind mecanismul floculării cu polimeri sintetici.

Se consideră că acţiunea floculanţilor polimeri implică diferite fenomene care în esenţă constau din adsorbţia moleculelor de polimeri la suprafaţa particulelor minerale, lanţurile polimer adsorbindu-se fiecare pe mai mult decît o particulă solidă, ceea ce duce la formarea de legături interparticule. Adsorbţia polimerului la suprafaţa particulelor minerale poate avea loc în diferitele sisteme, prin interacţiunea electrostatică, legătură de hidrogen, reacţii prin schimb de ioni etc. Este posibilă de asemenea favorizarea adeziunii ionilor polimeri la suprafeţele minerale cu încărcare de acelaşi semn, prin utilizarea de ioni bi- sau tri-valenţi de semn opus (prin analogie cu utilizarea de activanţi în scopul favorizării adsorbţiei ionilor de colector în flotaţie [13], [14], [15]).

În virtutea unor atari fenomene polimerul leagă particulele minerale în propriul său lanţ, producînd astfel flocoane.

În cele mai multe cazuri asemenea fenomene participă într-o măsură diferită la formarea flocoanelor, eficacitatea unui polimer depinzînd astfel de un mare număr de parametri, determinaţi în esenţă de doi factori [16], [17]: 1) starea electrică a suprafeţei minerale şi tipurile de ioni prezenţi pe aceasta; 2) natura grupelor active ale polimerului, funcţia lor şi starea lor de ionizare. La rîndul lor, ambele aceste condiţii de stare sînt influenţate de mediul apos, care poate diversifica interacţiunea între floculant şi mineral în multe moduri.

pH-ul suspensiei, care de asemenea determină gradul de ionizare al polimerului, schimbă în mod substanţial sarcinile incluse în lanţul polimer şi prin aceasta configuraţia moleculei; rezultă deci că un floculant polimer poate acţiona în mod eficace numai într-un anumit domeniu de pH [15].

Greutatea moleculară, care la polimerii liniari este proporţională cu lungimea lanţului, influenţează proprietăţile de floculare ale unui astfel de reactiv; un lanţ mai lung prezintă un număr mai mare de grupe active, ceea ce înseamnă energie de legare mai mare şi posibilitatea legării la distanţe mai mari [15], [18].

Healy şi La Mer [18] au arătat că există nu numai o greutate moleculară şi o concentraţie de floculant optime, ci de asemenea o intensitate optimă de agitare.

Floculareа cu polimeri duce la o stare metastabilă în suspensie [14]. Moleculele de polimer sînt parte adsorbite pe particulele solide şi parte extinse ca punţi interparticule creînd flocoane necompact legate. Starea stabilă, corespunzînd minimului energiei libere, ar fi atinsă cînd toate moleculele de floculant au fost adsorbite pe solide.

Starea metastabilă explică funcţiile şi rezultatele agitării [14]. Agitarea uşoară în timpul floculării produce mişcarea relativă între particule şi ajută la formarea flocoanelor prin legare, astfel rezultînd flocoane mai compacte. Agitarea după terminarea floculării va provoca doar ruperea flocoanelor, iar agitarea puternică va conduce la redispersie.

C. FLOCULAREA SELECTIVĂ CU POLIMERI SINTETICI

a. Consideraţii teoretice

Floculare selectivă cu polimeri sintetici se bazează pe adsorbţia selectivă a acestora la suprafaţa diferitelor minerale. Unele exemple simple în această direcţie au fost puse în evidenţă de cercetările efectuate de Slater şi colab. [13] cu diferite minerale, utilizînd floculanţi de tip poliacrilamidă, cu greutăţi moleculare comparabile (circa 3 milioane), însă avînd diferite proporţii de grupe anionice sau cationice.

Astfel, aşa cum rezultă din tabela 1, galena sau calcita ar putea fi floculate din amestec cu cuarţ, ele fiind sensibile la poliacrilamidă neionică, în timp ce cuarţul, după îmbătrînire (accelerată prin mediu alcalin) este complet neinfluenţat.

În sensul celor de mai sus menţionăm cercetările lui Griot [19] care studiind mecanismul adsorbţiei poliacrilamidei la silice, a conchis că adsorbţia se produce prin legătură de hidrogen pe aşa-numitele grupe silanol izolate. S-a găsit de asemenea că silicea este supusă unui proces

Tabela 1

Minerale	Floculanţi				
	Anionici		Neionici	Cationici	
	A	B	C	D	E
Cuarţ (proaspăt)	0	0	+	+	+
Cuarţ (îmbătrînit)	0	+	0	(+)	+
Calcită	+		+	+	+
Galenă	+		+		+

Floculanţi: A — proporţie moderată de grupe anionice; B — proporţie mică de grupe anionice; C — poliacrilamidă neionică; D — proporţie mică de grupe cationice; E — proporţie moderată de grupe cationice.

Simboluri: + floculare puternică; (+) floculare slabă (numai flocoane mici); 0 — floculare foarte slabă sau deloc.

de „îmbătrînire", ce este accelerat de mediul alcalin, condiţii în care ea pierde astfel de grupe de suprafaţă, ne mai fiind capabilă de adsorbţia poliacrilamidei. Pe de altă parte s-a arătat că adsorbţia aceluiaşi polimer la minerale ca galena şi calcita nu este împiedicată de valori ridicate ale pH-ului, mecanismul legării fiind diferit. Rezultă deci că în condiţiile menţionate ar putea fi obţinute separări, cum de altfel au confirmat şi experimentările efectuate de Usoni şi colab. [9].

Aşa cum s-a arătat, floculanţii polimeri sînt substanţe macromoleculare care leagă particulele minerale prin punţi de legătură; ei trebuie deci, pe de o parte să fie suficient de extinşi în soluţie, pe de altă parte să adere la suprafaţa particulelor minerale. Cum prima condiţie este independentă de particulele minerale, rămîne determinantă pentru flocularea selectivă comportarea diferită la adsorbţie a reactivilor, care la rîndul ei este determinată de deosebirile între proprietăţile superficiale ale mineralelor.

Proprietăţile superficiale ale particulelor minerale în stare de amestec pot fi diferite de acelea ale particulelor minerale individuale, atunci cînd sînt în suspensie în apă. Astfel, produsele de dizolvare sau de hidroliză (sau amîndouă) provenite de la un mineral pot fi adsorbite de celelalte minerale aflate în amestec. De exemplu, calcita este suficient de solubilă pentru a influenţa pH-ul mediului de suspensie şi deci a influenţa potenţialul de suprafaţă al cuarţului prezent în amestec; în plus ionii de Ca^{2+} se adsorb pe cuarţ [13], [17]. În mod similar produsele de oxidare ale galenei introduc ioni de Pb^{2+}.

Cele de mai sus au reieşit de altfel şi din cercetările lui Usoni şi colab. [9]. Astfel, lucrînd cu suspensii de minerale individuale, autorii au putut indica condiţiile probabile în care mineralele cercetate puse în amestec ar putea fi separate; concluziile acestor experimentări nu au fost încă confirmate decît în parte, la încercările efectuate cu amestecuri sintetice biminerale, obţinîndu-se numai separări parţiale.

Proprietăţile superficiale ale mineralelor pot fi influenţate într-un anumit sens utilizînd reactivi modificatori. Acţiunea acestora de activare sau împiedicare a floculării (prin analogie cu flotaţia) poate fi determinată prin modificarea potenţialului de suprafaţă al mineralelor; astfel, de exemplu, polielectroliţii anionici nu vor fi adsorbiţi pe suprafeţele încărcate puternic negativ, fără ca potenţialul de suprafaţă să fie redus cu ajutorul unor electroliţi adecvaţi. De asemenea, reactivii modificatori pot influenţa mecanismul de adsorbţie al floculanţilor polimeri, ca de exemplu cationii polivalenţi, care acţionează ca activanţi la adsorbţia polielectroliţilor anionici; un alt exemplu îl oferă hexametafosfatul de sodiu care împiedică adsorbţia floculanţilor anionici pe calcită.

Cercetările lui Slater şi colab. [13] au pus în evidenţă numeroase exemple de activare, cu ajutorul sărurilor metalice, a floculării cu poliacrilamide; cîteva dintre acestea, precum şi un exemplu de împiedicare a floculării, sînt prezentate în tabela 2.

b. Cercetări experimentale

Cercetările efectuate au urmărit: 1) determinarea condiţiilor de floculare a unor minerale, cu polimeri sintetici (stabilirea tipului de polimer adecvat şi a concentraţiilor optime, precum şi a domeniilor favorabile de pH); 2) determinarea — pe baza rezultatelor obţinute cu minerale cercetate individual — a posibilităţilor de floculare selectivă, cu polimeri sintetici, a aceloraşi minerale, aflate în amestec.

Experimentările au fost executate cu cuarţ, calcită şi galenă, minerale reprezentînd trei categorii distincte: oxizi, săruri greu solubile şi

Tabela 2

Minerale	Floculanți	Dozare (p.p.m.)	pH	Activanți	Concentrație (milimoli/l)
Activarea floculării cu cationi metalici					
Cuarț (proaspăt)	AP 30	50	5,0	$CuSO_4$	1
,, ,,	,,	10	2,5	$Al_2(SO_4)_3$	0,1
,, ,,	,,	5	11,0	$CaCl_2$	1
,, ,,	,,	5	6,0	$CoCl_2$	1
Cuarț (îmbătrînit)	P 250	5	2,0	$Al_2(SO_4)_3$	1
Calcită	Sedomax F	5	7,0	$Pb(NO_3)_2$	0,1
Galenă	AP 30	5	6,4	$Pb(NO_3)_2$	1
Împiedicarea floculării					
Galenă	AP 30	5	6,4	Na_2S	1

Floculanți: AP 30 — poliacrilamidă 30% hidrolizată;
P 250 — poliacrilamidă neionică;
Sedomax F — poliacrilat

respectiv sulfuri metalice, care prezintă deosebiri radicale în ceea ce privește proprietățile superficiale.

Cele trei minerale, cu grade avansate de puritate, au fost fin măcinate în mori cu bile de laborator (timpuri îndelungate de măcinare, de circa 30 ore), în cazul cuarțului și calcitei utilizîndu-se atît moară cît și bile de porțelan; prin clasare în conclasor, s-a separat în toate cazurile fracțiunea < 20 μm, care a constituit materialul pentru experimentări (păstrat în recipiente de sticlă închise ermetic). Înainte de efectuarea experimentărilor, probele de lucru au fost supuse spălării repetate cu apă distilată.

La experimentările efectuate au fost utilizați patru floculanți, reprezentînd cele trei principale tipuri de polimeri sintetici (anionici, cationici și neionici), și anume:

— Separan MGL, o poliacrilamidă neionică de greutate moleculară ridicată;

— Aerofloc 3453, o poliacrilamidă puternic anionică (greutatea moleculară de circa 5 milioane);

— Separan AP 30, o poliacrilamidă anionică hidrolizată (30%), cu greutatea moleculară de circa 3 milioane;

— Nalfloc N 605, un polimer sintetic cationic (greutatea moleculară neindicată).

Reactivii au fost utilizați sub formă de soluții 0,01%, proaspăt pregătite.

Determinările au fost executate pe probe de suspensii minerale în apă distilată, avînd un conținut de solid, în greutate, de 1—10%.

Cantitatea corespunzătoare de mineral a fost dispersată în 500 ml apă distilată, cu ajutorul unui agitator funcționînd cu 800 rot/min, timp de 5 min; a fost apoi reglată valoarea pH-ului prin adaos de H_2SO_4 sau NaOH (cu agitare ușoară timp de 1 min), după care a fost adăugat floculantul, sub forma unui jet fin, cu ajutorul unei pipete. Pentru a asigura

distribuţia uniformă a reactivului în suspensie s-a executat o uşoară agitare mecanică (turaţia agitatorului de circa 100 rot/min) timp de 2 min; mărirea timpului de agitare sau intensificarea agitării influenţează nefavorabil formarea flocoanelor [15], [21]. Suspensia astfel pregătită a fost trecută într-un cilindru gradat de 500 ml şi lăsată să sedimenteze. La determinările efectuate în cadrul experimentărilor de floculare selectivă, sedimentarea a avut loc în condiţiile unei agitări magnetice de joasă intensitate; în felul acesta s-a urmărit a se realiza eliberarea din flocoane a particulelor de mineral nefloculat, antrenate în mod inevitabil.

Eficacitatea floculanţilor a fost apreciată luînd în considerare viteza de depunere a flocoanelor formate, precum şi gradul de puritate a lichidului supranatant după un anumit timp de depunere; pentru aceasta s-a notat timpul (T_{200}) după care volumul de flocoane format (marcat prin limita de separare între acest volum şi lichidul supranatant) trece prin dreptul gradaţiei 200 ml a cilindrului gradat. La timpul T_{200} lichidul supranatant (300 ml) a fost sifonat, după care, pentru determinarea conţinutului de material solid rămas, a fost filtrat, uscat, cîntărit (greutatea raportîndu-se la cantitatea iniţială de material solid din suspensie) şi apoi după caz analizat.

Sedimentul rămas a fost de asemenea filtrat, uscat etc. şi apoi, după caz, analizat.

Ţinînd seama că volumul de lichid (sau suspensie) supranatant (300 ml) sifonat la timpul T_{200} corespunde unei înălţimi de 16 cm a cilindrului gradat, s-a putut calcula viteza de depunere, v, în cm/min.

La unele determinări (din cadrul experimentărilor de floculare selectivă) sedimentul floculat a fost rediluat la 500 ml şi — după reglarea pH-ului — retratat conform aceleiaşi proceduri, cu o cantitate mai mică de floculant (o treime din dozarea anterioară [11]), notîndu-se timpul T_{200} şi sifonîndu-se lichidul supranatant care a fost filtrat, uscat, cîntărit şi analizat. Această operaţie a fost repetată — în unele cazuri — de două ori.

Aşa cum s-a arătat în capitolele anterioare, pentru alegerea tipului de floculant ce urmează a fi utilizat într-un anumit caz, este determinantă cunoaşterea încărcării suprafeţei particulelor minerale.

Ca urmare, a fost determinat — în diferite condiţii — potenţialul zeta al mineralelor cercetate; în acest scop a fost utilizată metoda electroozmozei, precum şi un aparat de micro-electroforeză *).

La experimentările de floculare selectivă, pe lîngă caracteristicile de floculare ale mineralelor individuale, au fost luate în considerare şi eventualele efecte ale interacţiunii dintre mineralele prezente în amestec, şi îndeosebi:

— posibilitatea coagulării reciproce, ca rezultat al încărcării de semn opus a particulelor minerale;

— influenţa ce o pot exercita anumiţi ioni proveniţi de la componenţii minerali prezenţi în suspensie.

De asemenea, în anumite cazuri, s-a luat în considerare şi influenţa unor reactivi modificatori.

*) Determinări efectuate cu sprijinul Centrului de chimie fizică al Ministerului Învăţămîntului.

1. *Experimentări pe minerale individuale*

Cuarț

Este bine cunoscut că silicea formează suspensii coloidale cu un înalt grad de stabilitate [20]. Observațiile făcute asupra suspensiilor de 1% cuarț în apă distilată — la diferite valori ale pH-ului — au arătat că aceste suspensii aparent nu prezintă de loc fenomenul coagulării în domeniul de pH 3—12 ; s-a constatat numai depunerea de particule individuale. Înalta stabilitate a cuarțului în aceste condiții este în concordanță cu valorile ridicate ale potențialului zeta determinate (fig. 1).

La pH < 3 s-a constatat apariția fenomenului de coagulare, ceea ce se explică prin faptul că în acest domeniu de pH se află punctul de încărcare nulă a cuarțului (după Cases [20] $\xi = 0$ la pH = 1,32).

Variația potențialului electrocinetic al cuarțului în funcție de prezența în soluție a anumitor ioni (Ca^{2+} și Pb^{2+}) este arătată în figurile 2 și 3. Se vede cum prezența în soluție a unor săruri de metale bivalente [$CaCl_2$, $Pb(NO_3)_2$] duce la scăderea potențialului zeta al cuarțului ; observațiile făcute asupra unor suspensii de 1% cuarț în apă distilată, la pH = 4, cu adaos de 10^{-4} M/l $CaCl_2$ și respectiv 10^{-6} mg/l $Pb(NO_3)_2$ și la pH = 11, cu adaos de 10^{-2} M/l $CaCl_2$ și respectiv 5.10^{-3} mg/l $Pb(NO_3)_2$ au arătat că prezența ionilor de Ca^{2+} și Pb^{2+} duce la lenta coagulare a particulelor de cuarț, ca urmare, desigur, a existenței în aceste condiții a unui potențial zeta scăzut (în cazurile menționate — $\xi = 17—20$ mV, conform fig. 2 și 3).

Determinările de potențial zeta efectuate (fig. 1) sugerează că pentru flocularea suspensiilor de cuarț pur, în apă, sînt eficace numai floculanții cationici.

Experimentările executate cu diferiți floculanți — sintetizate în tabela 3 — arată astfel că cele mai favorabile condiții pentru realizarea flocülării se obțin la utilizarea floculantului cationic (10^{-2} g/l, indiferent de pH) ; s-a găsit că în aceste condiții potențialul zeta al particulelor de cuarț este aproape de zero.

În tabela 3 se vede de asemenea că utilizarea floculantului neionic duce în anumite condiții (10^{-2} g/l, pH = 5) la rezultate favorabile ; în mediu alcalin, acest floculant nu dă niciun rezultat (ca urmare a faptului că în mediu alcalin el nu se adsoarbe pe silice).

Suspensiile de cuarț pot de asemenea fi floculate cu polimeri anionici, dar numai în prezența cationilor metalici „activanți" ca Ca^{2+}, Cu^{2+}, Co^{2+}, Fe^{3+} [13]. S-a cercetat activarea cu Ca^{2+}, dată fiind importanța acestuia în cazul amestecurilor cuarț + calcită.

Rezultatele experimentărilor prezentate în tabela 4 arată că la un conținut de solid în suspensie (5%) și dozare de floculant date, flocularea depinde de concentrația de Ca^{2+} ; de asemenea, se vede că cu cît concentrația de Ca^{2+} este mai ridicată, cu atît mai jos este pH-ul la care se realizează o floculare mai eficientă.

După cum s-a văzut mai înainte (tabela 3) floculantul polimer neionic (Separan MGL) nu se adsoarbe pe cuarț în mediu alcalin ; în prezența ionilor de Ca^{2+} însă, s-a constatat producerea flocülării cu acest polimer și în mediu alcalin (tabela 4).

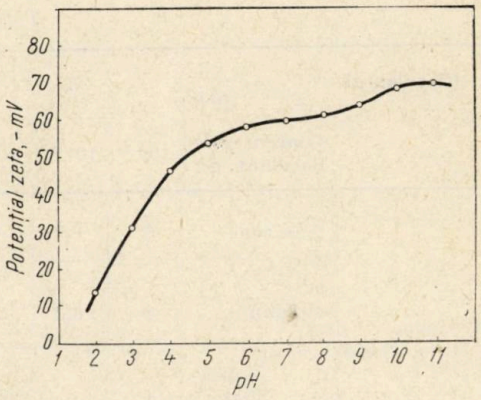


Fig. 1. — Potențialul zeta al cuarțului funcție de pH.

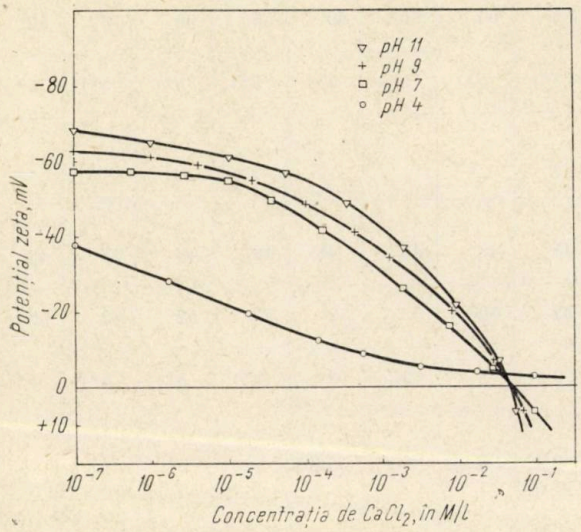


Fig. 2. — Variația potențialului zeta al cuarțului funcție de concentrația $CaCl_2$ în soluție.

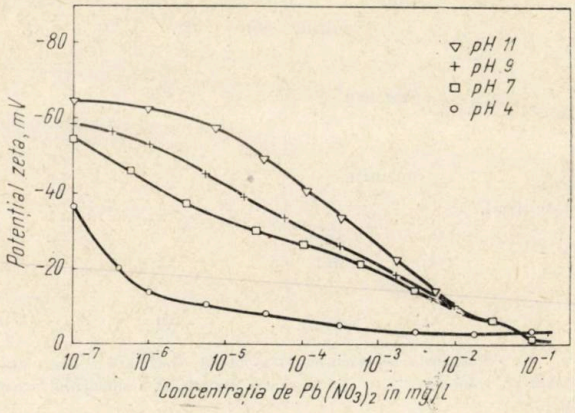


Fig. 3. — Variația potențialului zeta al cuarțului funcție de concentrația $Pb(NO_3)_2$ în soluție.

Tabela 3

Floculantul	pH		5			7			9		
	Concentrația floculant, g/l		10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}
Cationic Nalfloc-N 605	T_{200}, min		2	2,5	3	2	2,75	4	2	3	5*)
	v, cm/min		8	6,4	5,33	8	5,82	4	8	5,33	—
	% solid	supranat.	4	15	36	4	20	45	4	27	48
		sedim.	96	85	64	96	80	55	96	73	52
Anionic Separan-AP 30	T_{200}, min		5*)	5*)	5*)	5*)	5*)	5*)	5*)	5*)	5*)
	v, cm/min		—	—	—	—	—	—	—	—	—
	% solid	supranat.	48	48	48	48	48	48	48	48	48
		sedim.	52	52	52	52	52	52	52	52	52
Neionic Separan-MGL	T_{200}, min		2	2,5	3	2,5	3	5*)	5*)	5*)	5*)
	v, cm/min		8	6,4	5,33	6,4	5,33	—	—	—	—
	% solid	supranat.	5	15	30	15	28	47	48	48	48
		sedim.	95	85	70	85	72	53	52	52	52
Fără floculant	T_{200}, min		5*)			5*)			5*)		
	v. cm/min		—			—			—		
	% solid	supranat.	48			48			48		
		sedim.	52			52			52		

*) Suspensia neprezentînd fenomenul coagulării a fost lăsată liniștită timp de 5 min după care a fost sifonat un volum de 300 ml de la partea superioară a cilindrului, căruia i s-a determinat apoi conținutul de material solid.

Tabela 4

Floculant, g/l	pH		5			7			9		
	Concentrația $CaCl_2$, M/l		10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}
Anionic Separan AP 30 10^{-2}	T_{200}, min		2,5	2,5	3,0	2,5	2,5	3,0	2,5	2,5	3*)
	v, cm/min		6,4	6,4	5,33	6,4	6,4	5,33	6,4	6,4	—
	% solid	supranat.	5	13	20	10	16	30	12	20	48
		sedim.	95	87	80	90	84	70	88	80	52
Anionic Separan AP 30 10^{-3}	T_{200}, min		2,5	3	3	3	3	3	3	3*)	3*)
	v, cm/min		6,4	5,33	5,33	5,33	5,33	5,33	5,33	—	—
	% solid	supranat.	15	22	32	20	30	45	36	48	48
		sedim.	85	78	68	80	70	55	64	52	52
Neionic Separan MGL 10^{-2}	T_{200}, min		2	2,5	3	2,5	2,5	3	2,5	2,5	3
	v, cm/min		8	6,4	5,33	6,4	6,4	5,33	6,4	6,4	5,33
	% solid	supranat.	5	10	25	7	13	15	10	15	17
		sedim.	95	90	75	93	87	85	90	85	83
Fără floculant	T_{200}, min		2,5	3	3	3	3	3*)	3	3*)	3*)
	v, cm/min		6,4	5,33	5,33	5,33	5,33	—	5,33	—	—
	% solid	supranat.	20	28	36	24	35	48	40	48	48
		sedim.	80	72	64	76	65	52	60	52	52

*) Suspensia neprezentînd fenomenul coagulării a fost lăsată liniștită timp de 5 min, după care a fost sifonat un volum de 300 ml de la partea superioară a cilindrului, căruia i s-a determinat apoi conținutul de material solid.

Calcita

Suspensii stabile de calcită în apă distilată sau în soluţii simple de electrolit ($CaCl_2$, Na_2CO_3, NaF, Na_2SiO_3) nu au putut fi realizate cu conţinuturi de solid, în greutate, mai mari de 0,5%.

În apă pură potenţialul zeta al calcitei este de circa +23 mV (pH ~ 8). Adăugînd $CaCl_2$ s-a constatat că potenţialul creşte la un maximum de +33 mV în domeniul $[Ca^{2+}] = 10^{-2} - 10^{-3}$M. Adăugînd Na_2CO_3 potenţialul zeta a trecut prin punctul zero la aproximativ 10^{-3}M, atingînd o valoare negativă maximă de −33 mV la un adaos de 5.10^{-3}M carbonat de sodiu (pH 10−11).

Motivul stabilităţii limitate a suspensiilor de calcită este evident acela că nu pot fi atinse decît potenţiale zeta moderate.

Singura sare anorganică care a fost găsită a produce suspensii de calcită (5%) moderat stabile a fost tripolifosfatul de sodiu ; astfel, cu 5 mg $Na_5P_3O_{10}$/g de calcită s-a obţinut un potenţial zeta de −48 mV.

Experimentările efectuate — prezentate în tabela 5 — au arătat că toţi floculanţii polimeri utilizaţi floculează calcita ; astfel, poliacrilamida neionică utilizată, la concentraţii de 10^{-3}—10^{-2}g/l — indiferent de pH — a dat rezultate deosebit de favorabile. Polimerul anionic utilizat a dat de asemenea rezultate favorabile îndeosebi în domeniul de pH > 7 (la concentraţii de 10^{-2} g/l). Polimerul cationic utilizat floculează de asemenea calcita, dar nu la acelaşi nivel ca cei precedenţi ; astfel, floculare este mai pregnantă în mediu acid, moderată în mediu slab alcalin şi nu se constată practic de loc la pH = 9.

Galena

Suspensiile de galenă în apă manifestă o rapidă coagulare ; prin adaosuri de Pb $(NO_3)_2$, Ca $(NO_3)_2$ sau NaOH nu s-a reuşit producerea stabilităţii, în timp ce adaosuri de acizi diluaţi au accelerat coagularea. Suspensii de galenă (5%) relativ stabile au fost obţinute prin adaos de 10^{-3}—10^{-1} M Na_2S, în medii cu pH > 11 ; menţionăm că la adaosuri foarte mici de Na_2S (< 10^{-3}M) s-a produs coagularea rapidă a suspensiilor respective.

Din cauza oxidării extrem de facile a particulelor fine de galenă, datele obţinute la încercările de determinare a potenţialului zeta au prezentat o mare dispersie ; valorile potenţialului zeta determinate în domeniul de pH 7−11 s-au situat între −15 şi −30 mV.

După cum rezultă din experimentările efectuate (tabela 6) toţi floculanţii utilizaţi au arătat o eficacitate mai mare sau mai mică faţă de suspensiile de galenă, în apă, apreciindu-se aceasta după rapida formare a unor flocoane mari, cu lichid supranatant foarte clar ; acolo unde sistemul era deja coagulat, efectul floculantului s-a remarcat prin accelerarea sedimentării.

De menţionat că eficacitatea faţă de galenă a floculantului cationic se situează la un nivel inferior comparativ cu al celorlalţi floculanţi, anionic şi neionic, folosiţi.

În prezenţa Na_2S, la concentraţii suficiente pentru a produce o suspensie stabilă (>10^{-3} M), acţiunea floculanţilor anionici a fost complet

Tabela 5

Floculantul	pH		5			7			9		
	Concentrația floculant, g/l		10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}
Neionic Separan-MGL	T_{200}, min		1	1	1,5	1	1	1,5	1	1	1,5
	v, cm/min		16	16	10,65	16	16	10,65	16	16	10,65
	% solid	supranat.	2	2	25	2	2	27	2	2	26
		sedim.	98	98	75	98	98	73	98	98	74
Anionic Separan-AP 30	T_{200}, min		1	1	2*)	1	1	1,5	1	1	2*)
	v, cm/min		16	16	—	16	16	10,65	16	16	—
	% solid	supranat.	26	27	38	2	8	28	2	10	36
		sedim.	74	73	62	98	92	72	98	90	64
Cationic Nalfloc-N 605	T_{200}, min		1	1	2*)	1	1	2*)	2*)	2*)	2*)
	v, cm/min		16	16	—	16	16	—	—	—	—
	% solid	supranat.	12	30	38	19	31	38	38	38	38
		sedim.	88	70	62	81	79	62	62	62	62
Fără floculant	T_{200}, min		2*)			2*)			2*)		
	v, cm/min		—			—			—		
	% solid	supranat.	38			38			38		
		sedim.	62			62			62		

*) Suspensia neprezentînd fenomenul coagulării a fost lăsată liniștită timp de 2 min, după care a fost sifonat un volum de 300 ml de la partea superioară a cilindrului, căruia i s-a determinat apoi conținutul de material solid.

Tabela 6

Floculantul	pH		5			7			9		
	Concentrația floculant, g/l		10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}	10^{-2}	10^{-2}	10^{-4}	10^{-2}	10^{-3}	10^{-4}
Neionic Separan-MGL	T_{200}, min		0,5	0,5	1	0,5	0,5	1	0,5	0,5	1
	v, cm/min		32	32	16	32	32	16	32	32	16
	% soild	supranat.	4	5	6	4	5	6	4	5	6
		sedim.	96	95	94	96	95	94	96	95	94
Anionic Separan-AP 30	T_{200}, min		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	v, cm/min		32	32	32	32	32	32	32	32	32
	% solid	supranat.	4	5	7	7	8	8	5	7	8
		sedim.	96	95	93	93	92	92	95	93	92
Cationic Nalfloc-N 605	T_{200}, min		0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75	0,75
	v, cm/min		21,3	21,3	21,3	21,3	21,3	21,3	21,3	21,3	21,3
	% solid	supranat.	6	8	8	8	8	8	6	7	7
		sedim.	94	92	92	92	92	92	94	93	93
Fără floculanr	T_{200}, min		1			1			1		
	v, cm/min		16			16			16		
	% solid	supranat.	8			8			8		
		sedim.	92			92			92		

anihilată, datorită probabil împiedicării adsorbției lor, ca urmare a acțiunii ionilor S^{-2} care produc încărcarea puternic negativă a particulelor de galenă [13].

2. *Experimentări pe amestecuri de minerale*

Cuarț + calcită

Observații asupra suspensiilor de cuarț + calcită (în diferite proporții) în apă distilată, avînd conținuturi de solid între 1—5%, au arătat producerea rapidă a coagulării reciproce, confirmată de viteza rapidă de depunere a suspensiilor respective; aceasta este în concordanță cu potențialele zeta determinate ale cuarțului și calcitei (deci încărcare de semn opus a particulelor de cele două minerale).

O suspensie de cuarț + calcită parțial stabilă a fost obținută la un conținut redus de solid (0,5—1%) și numai în condițiile unui pH de 10—11. O suspensie mai concentrată (5%) a putut fi stabilizată cu adaos de tripolifosfat de sodiu (5 mg/g $CaCO_3$).

În scopul realizării unei separări a cuarțului, de calcită, au fost luate în considerare constatările făcute la experimentările pe minerale individuale. Astfel, prin creșterea pH-ului la 10—11, potențialul zeta al calcitei este adus în domeniul negativ, eliminîndu-se în acest mod posibilitatea coagulării reciproce, în timp ce cuarțul nu numai că rămîne stabil prin natura sa, ci de asemenea este indiferent față de polimeri anionici, care pot fi astfel utilizați pentru a flocula calcita (v. tabela 5).

În continuare, pe baza celor de mai sus și aplicînd metodologia de lucru arătată anterior, au fost executate mai multe experimentări cu suspensii de cuarț + calcită (în diferite proporții), avînd conținuturi de solid între 1—5%. Ținînd seama de rezultatele anterioare (tabela 5) adaosul de floculant anionic (Separan AP 30) a fost de $2{,}5.10^{-3}$—5.10^{-3} g/l (funcție de conținutul de calcită din suspensie).

Rezultatele acestor experimentări sînt arătate în tabela 7; sînt prezentate pentru fiecare experiență analizele sedimentelor și lichidului supranatant, obținute în condițiile metodologiei arătate. La ultimele două experimentări (5 și 6) s-a aplicat și un al doilea stadiu de dispersie și tratare a fracțiunii depuse — după aceeași procedură — adaosul de floculant reprezentînd 1/3 din adaosul inițial.

Din examinarea rezultatelor obținute se constată că suspensia supranatantă conține întotdeauna cuarț practic pur; recuperarea maximă de cuarț în supranatant (cca 76%) s-a obținut însă numai în condițiile unei suspensii diluate (1% conținut de solid în suspensia inițială). Cu creșterea proporției de cuarț și a conținutului de solid în suspensia inițială, observăm o creștere a conținutului de cuarț în sediment și ca urmare o scădere a recuperării cuarțului în suspensia supranatantă; aceasta, ca urmare a creșterii proporției de cuarț antrenată în flocoanele de calcită care se depun. La experiența 4, concentrația de calcit în suspensie depășind limita maximă pentru realizarea unei suspensii inițial stabile, proporția de cuarț antrenată în flocoanele de calcită care se depun a fost ridicată.

Tabela 7

Nr. exp.	Conţin. solid în suspens. % greut.	Proporţia %		T_{200} min	v cm/ min	Fracţiunea % greut.		$CaCO_3$		SiO_2	
		$CaCO_3$	SiO_2					conţ.	extr. %	conţ.	extr. %
1	1	50	50	2,5	6,4	supran.	38	0	0	100	76
						sedim.	62	80	100	20	24
2	1,5	33	67	2,5	6,4	supran.	40	0	0	100	60
						sedim.	60	55	100	45	40
3	2,5	20	80	2	8	supran.	29	0	0	100	36
						sedim.	71	28	100	72	64
4	1,5	67	33	1,5	10,65	supran.	7	0	0	100	20
						sedim.	93	72	100	28	80
5	3,5	15	85	2	8	1-supran.	20,5	0	0	100	24
						2-supran.	6,5	23	10	77	6
						sedim.	73,0	18,5	90	81,5	70
6	5	15	85	2	8	1-supran.	18,0	0	0	100	21
						2-supran.	8,0	20	11	80	7,5
						sedim.	74,0	18	89	82	71,5

După cum s-a văzut mai înainte, utilizarea adaosului de tripolifosfat de sodiu permite realizarea stabilităţii iniţiale a unei suspensii de cuarţ + calcită mai concentrate (5%). Această soluţie nu pare însă să ofere o cale practică pentru separarea mineralelor respective prin floculare selectivă, deoarece nici unul din floculanţii utilizaţi în continuare nu a dat rezultate.

Cuarţ + galenă

Suspensiile de cuarţ + galenă constituie un sistem deosebit de favorabil pentru floculare selectivă, deoarece : 1) ambele minerale sînt negativ încărcate în apă (neexistînd deci posibilitatea coagulării reciproce) ; 2) cuarţul formează o mai stabilă dispersie decît galena (care, cum s-a văzut, are tendinţa de a coagula) ; 3) agregatele de galenă se depun mai rapid, datorită densităţii lor mai ridicate ; 4) pot fi utilizaţi floculanţi care acţionează preferenţial asupra galenei (chiar în prezenţa ionilor de Pb^{2+}).

Factorii de natură chimică fiind favorabili, sistemul cuarţ + galenă este convenabil pentru cercetarea anumitor factori fizici, care pot limita operaţia de floculare selectivă, ca : mărimea flocoanelor, conţinutul de solid în suspensie, raportul dintre componenţii minerali prezenţi, aplicarea mai multor stadii (redispersia şi sedimentarea fracţiunii depuse, de cîte 1—2 ori).

Rezultatele experimentărilor executate în sensul celor de mai sus sînt prezentate în tabela 8.

Observăm că atunci cînd s-a utilizat un polimer puternic anionic (Aerofloc 3453), care a produs flocoane mari, s-a obţinut o separare aproape netă (experienţa 1), cu condiţia însă a unei proporţii reduse de galenă

Tabela 8

Nr. exp.	Floculant g/l	Conţin. solid în suspens. % greut.	Proporţia %		T_{200} min	v cm/min	Fracţiunea % greut.		PbS		SiO_2	
			PbS	SiO_2					conţ. %	extr. %	conţ. %	extr. %
1	Aerofloc 3453 5.10^{-4}	2,5	20	80	1	16	supran.	78	0	0	100	97,5
							sedim.	22	91	100	9	2,5
2	Aerofloc 3453 10^{-3}	5	60	40	0,75	21,3	supran.	5	0	0	100	13
							sedim.	95	63	100	37	87
3	Separan AP 30 6.10^{-3}	5	60	40	1,5	10,65	supran.	25	0	0	100	65
							sedim.	75	80	100	20	35
4	idem 2.10^{-3}	2	50	50	2	8	supran.	49	0	0	100	98
							sedim.	51	98	100	2	2
5	idem 10^{-2}	10	50	50	1,5	10,65	supran.	31	0	0	100	62
							sedim.	69	72	100	28	38
6	idem 2.10^{-2}	10	80	20	1,5	10,65	supran.	10	0	0	100	50
							sedim.	90	89	100	11	50
7	idem 10^{-2} 3.10^{-3}+ 10^{-3}	7,5	67	33	1,5	10,65	1-supran.	13	5	1,0	95	37
							2-supran.	10	10	1,5	90	27
							3-supran.	6	17	1,5	83	15
							sedim.	71	90	96	10	21

în amestec; în cazul unei proporţii ridicate de galenă (experienţa 2), acelaşi floculant a dus la antrenarea aproape completă a cuarţului în flocoanele mari de galenă, rămînînd un lichid supranatant clar. Prin folosirea unui floculant cu un mai redus caracter anionic (Separan AP 30), care produce flocoane mai mici, s-au obţinut — la acelaşi conţinut de solid în suspensie şi acelaşi raport galenă/cuarţ — condiţii mai favorabile de separare (experienţa 3). Creşterea conţinutului de solid în suspensie, cu menţinerea unui raport constant al componenţilor minerali prezenţi, a dus la antrenarea unei proporţii mai mari de component nefloculat în fracţiunea depusă (experienţele 4 şi 5).

Creşterea proporţiei de component floculabil din amestecul mineral în suspensie duce la antrenarea în sediment a unei proporţii mai mari din componentul nefloculat (experienţele 5 şi 6).

Aplicarea unei operaţii de floculare selectivă în mai multe stadii (redispersia şi retratarea, după aceeaşi procedură, a fracţiunii depuse, de cîte două ori) în cazul unei suspensii cu conţinut mai ridicat de solid (experienţa 7), a dus la eliberarea unei părţi din mineralul nefloculat antrenat în sediment; aceasta a însemnat în final mărirea sensibilă a recuperării de cuarţ în suspensia supranatantă; menţionăm că la stadiile următoare de dispersie şi sedimentare au fost supuse tratamentului suspensii cu conţinut de solid sensibil mai mic decît cel iniţial, ceea ce a permis realizarea de separări suficient de eficace.

Calcită + galenă

Sistemul calcită + galenă constituie la prima examinare un exemplu de amestec nefavorabil pentru floculare selectivă. Astfel, după cum s-a văzut, la pH ~ 8 calcita este încărcată slab pozitiv, iar galena slab negativ; în acest fel pe lîngă faptul că niciunul din cele două minerale nu este stabil se produce şi coagularea reciprocă.

Ca urmare, se impune utilizarea de reactivi modificatori în vederea anihilării coagulării reciproce şi realizării unei stabilităţi relative a unuia din componenţi. În acest scop, luîndu-se în considerare posibilitatea folosirii unor agenţi de dispersie organici, s-a încercat un poliacrilat de joasă greutate moleculară (Dispersil, fabricaţie SIN-Bucureşti). S-a constatat că prin utilizarea acestui reactiv se realizează stabilizarea ambilor componenţi, chiar la conţinuturi mai ridicate de solid în suspensie (10%); cantităţile necesare au fost de 2 şi 3 mg/g pentru calcită şi respectiv galenă.

Adaosul ulterior de Na_2S (10^{-4} — 2.10^{-4} M) a dus la desprinderea poliacrilatului de pe suprafaţa particulelor de galenă, dar nu şi de pe suprafaţa celor de calcită, ceea ce a provocat destabilizarea primei (menţionăm că — aşa cum s-a arătat anterior — concentraţii mai ridicate de Na_2S provoacă stabilizarea galenei). În acest fel se produce coagularea

Tabela 9

Nr. exp.	Conţin. solid în suspens. (% greut.)	Proporţia %		T_{200} min	v cm/min	Fracţiunea (% greut.)		PbS		$CaCO_3$	
		PbS	$CaCO_3$					conţ. %	extr. %	conţ. %	extr. %
1	5	30	70	2	8	supran.	58	3	6	97	80
						sedim.	42	67	94	33	20
2	5	50	50	1,5	10,65	supran.	33	13,5	9	86,5	57
						sedim.	67	68	91	32	43
3	5	60	40	1,5	10,65	supran.	16	0	0	100	40
						sedim.	84	71,5	100	28,5	60
4	8	30	70	2	8	supran.	45	0	0	100	64
						sedim.	55	54,5	100	45,5	36

lentă a particulelor de galenă care a putut fi accelerată prin adaos de floculant anionic (10^{-4} — 5.10^{-3}g/l Separan AP 30).

Pe baza celor de mai sus au fost executate mai multe experimentări ale căror rezultate sînt prezentate în tabela 9. Constatăm că rezultate mulţumitoare au putut fi obţinute numai în cazul cînd componentul floculabil a fost prezent într-o proporţie mai redusă în amestecul în suspensie (experienţa 1). Creşterea proporţiei de component floculabil în amestec a dus îndeosebi la antrenarea în sediment a unei cantităţi crescînde de component nefloculat (experienţele 2 şi 3). Acelaşi lucru s-a constatat — într-o măsură ceva mai redusă însă — şi atunci cînd, la aceeaşi proporţie de component floculabil în amestec, conţinutul de solid în suspensie a fost mărit de la 5 la 8% (experienţa 4).

Cuarţ + calcită + galenă

În cazul suspensiilor constituite din amestecul trimineral cuarţ + calcită + galenă în apă, nici unul din componenţi nu a fost stabil. Din experimentările anterioare apare că cuarţul ar putea fi în mod preferenţial stabilizat prin creşterea pH-ului pînă la 11 ; practic însă aceasta nu a putut fi realizat decît în cazul unor conţinuturi foarte scăzute de solid în suspensie (0,15—0,20%).

Se impune deci şi în acest caz aplicarea unui tratament asemănător celui utilizat la amestecul bimineral galenă + calcită, respectiv adaosuri, în aceleaşi limite, în ordine, de : poliacrilat, Na_2S şi apoi un floculant anionic (Separan AP 30).

Tabela 10

Floculant g/l	T_{200} min	v cm/min	Fracţiunea (% greut.)		PbS conţ. %	PbS extr. %	SiO_2 conţ. %	SiO_2 extr. %	$CaCO_3$ conţ. %	$CaCO_3$ extr. %
Separan AP 30	2	8	supran.	45	1	2	46	62	53	72
$5.10^{-3} + 2.10^{-3}$			sedim.	55	60	98	23	38	17	28

În tabela 10 sînt prezentate rezultatele obţinute la una din experienţe, efectuată cu o suspensie conţinînd 5% solid în greutate şi avînd proporţii egale din cei trei componenţi.

În scopul îmbunătăţirii rezultatelor s-a aplicat şi un al doilea stadiu de tratament al fracţiunii depuse (adaosul reactivilor utilizaţi nedepăşind 1/3 din adaosul iniţial). Fracţiunile supranatante obţinute la cele două stadii au fost amestecate.

Se constată că în condiţiile menţionate s-a putut obţine o suspensie supranatantă conţinînd îndeosebi cuarţ + calcită. Recuperarea de galenă în fracţiunea depusă a fost de circa 98%, produsul respectiv conţinînd 60% galenă, 23% cuarţ şi 17% calcită.

D. CONCLUZII

În urma studiului executat a reieşit că fiecare caz potenţial pentru floculare selectivă necesită o cercetare specifică şi suficient de detaliată, cu scopul delimitării domeniului — în unele cazuri destul de limitat — al condiţiilor în care este realizabilă o separare prin această metodă.

Astfel, este ştiut că fenomenele care determină flocularea depind de încărcarea suprafeţei particulelor minerale; cunoaşterea acestui parametru este primordială, ea fiind determinantă pentru alegerea tipului de floculant.

Se impune de asemenea stabilirea sensibilităţii mineralului cercetat la diferiţi floculanţi, precum şi a influenţei ce o pot exercita anumiţi ioni prezenţi în tulbureală (proveniţi de la ceilalţi componenţi minerali prezenţi).

În anumite cazuri este utilă determinarea influenţei unor reactivi modificatori.

Cercetările efectuate au pus în evidenţă posibilităţile de floculare selectivă a cuarţului, calcitei şi galenei, aflate sub formă de amestecuri bi- şi tri-minerale.

În acest scop au fost executate mai întîi experimentări asupra mineralelor individuale, prin care, pe baza determinărilor de potenţial zeta efectuate şi a încercărilor cu floculanţi polimeri de diferite tipuri, în diferite condiţii (concentraţii, pH), au fost determinate posibilităţile de floculare cu polimeri sintetici ale mineralelor respective.

În continuare, pe baza rezultatelor obţinute cu mineralele cercetate individual, au fost executate experimentări cu aceleaşi minerale, aflate în amestec, care au permis în final stabilirea posibilităţilor de floculare selectivă cu polimeri sintetici a fiecăruia din mineralele cercetate.

Aceste experimentări au scos în evidenţă cazul amestecului bi-mineral, cuarţ + galenă, care exemplifică un sistem deosebit de favorabil pentru flocularea selectivă, putîndu-se obţine recuperări şi calităţi ridicate (într-unul sau mai multe stadii).

Celelalte amestecuri bi-minerale (şi îndeosebi amestecul calcită + galenă) constituie exemple de sisteme la care dificultăţile ce apar la prima examinare pot fi depăşite prin aplicarea unui tratament incluzînd utilizarea de reactivi dispersanţi şi modificatori.

Sistemul tri-mineral cuarţ + calcită + galenă se situează în aceeaşi categorie ca ultimul menţionat, existînd însă posibilitatea realizării de rezultate mulţumitoare la flocularea selectivă, prin aplicarea unei proceduri mai laborioase (utilizarea anumitor reactivi, aplicarea unui tratament în mai multe stadii).

Experimentările executate au permis, ca pe lîngă principiile ce stau la baza realizării flocularii selective, să fie pusă în evidenţă o serie de factori de natură chimică şi fizică determinanţi pentru desfăşurarea acestui proces.

Astfel, prima condiţie care trebuie avută în vedere este necesitatea ca suspensia minerală să fie iniţial în stare dispersă, prevenindu-se coagularea reciprocă a particulelor minerale cu încărcare de semn opus. Cel puţin unul din componenţi — şi anume componentul nefloculabil —

trebuie să formeze o suspensie relativ stabilă (fie în mod natural, fie după modificarea prin adaosul unui reactiv adecvat).

Un număr de factori de natură fizică, precum : mărimea flocoanelor, conţinutul de solid în suspensie, raportul dintre componenţii minerali prezenţi, precum şi aplicarea mai multor stadii (redispersia şi retratarea fracţiunii depuse, de cîte 1—2 ori) pot juca un rol determinant la realizarea unei separări eficiente prin floculare selectivă.

Astfel, s-a constatat că atunci cînd se lucrează cu un conţinut mai mic de solid în suspensie (între 1 — 5%, după caz), se realizează (la o operaţie într-un singur stadiu) calităţi superioare ale produsului floculat.

Creşterea conţinutului de solid în suspensie (între 5—10%, după caz) duce la antrenarea unei proporţii mai mari de component nefloculat în fracţiunea depusă ; aceasta are ca principală consecinţă reducerea recuperării mineralului nefloculat şi totodată diminuarea calităţii sedimentului.

Aplicarea flocülării selective în mai multe stadii (2—3) în cazul unei suspensii cu conţinut mai ridicat de solid (între 5—10%), duce la eliberarea unei părţi din mineralul nefloculat antrenat în sediment, ceea ce înseamnă în final mărirea sensibilă a recuperării de mineral nefloculat.

În ceea ce priveşte raportul dintre componenţii minerali ai amestecului în suspensie, s-a constatat că creşterea (peste 20 — 30%, după caz) a proporţiei de component floculabil duce la antrenarea în sediment a unei proporţii mai mari din componentul nefloculat, şi ca urmare, la micşorarea recuperării acestuia din urmă în suspensia supranatantă.

În general, pentru un amestec de mineral dat, există o limită superioară a conţinutului de solid în suspensie, precum şi a raportului dintre componenţii prezenţi, pînă la care este posibilă realizarea unei separări eficiente, cu reactivii stabiliţi.

În cazul creşterii peste o anumită limită (20—30%) a proporţiei de component floculabil din amestecul în suspensie, s-a constatat că utilizarea unui floculant puternic (de greutate moleculară foarte înaltă), duce la antrenarea unei proporţii ridicate de component nefloculat în flocoanele mari, pe care acest tip de floculant le produce. Prin utilizarea — în acest caz — de floculanţi mai puţin eficace (de greutate moleculară moderată) care produc flocoane mai mici, se pot obţine — la acelaşi conţinut de solid în suspensie şi acelaşi raport al componenţilor minerali prezenţi — condiţii mai favorabile de separare.

BIBLIOGRAFIE

1. I. Huber Panu, C. Pandelescu, *Contributions à l'étude de la flottation des minerais très fins à air dégagé de la solution*, Rev. roum. sci. techn., série de mét., **9**, *2* (1964).
2. I. Huber Panu, C. Pandelescu, *Recherches concernant la flottation des minéraux sulfurés très finement broyées*, VIII[e] Congr. Int. de Prep. min., comunic. D-2 Leningrad, 1968.
3. R. H. Mozeley, *A gravity concentrator for fine minerals*, Technical Conference on Tin, London, 1968.
4. A. M. Gaudin, P. Malozemoff, *Recovery by flotation of mineral particles of colloidal size*, Journal of phys. chem., **37** (1933).
5. J. F. Haseman, *Selective flocculation of colloidal phosphate ore in the presence of clay*, U.S. Patent 2.660.303, 1953.

6. I. Iwasaki, W. Y. Carlson, S. M. Parmerter, *The use of starches and starch derivatives as depressants and floculants in iron ore beneficiation*, Trans. Am. Inst. Min. Engrs., **244** (1969).
7. P. Sher, M. Miloshevich, P. Bulatovich, *Anionic flotation of cromite in an alkaline media without preliminary desliming*, VIII Int. min. proc. congr., Paper *D-16*, Leningrad, 1968.
8. D. W. Frommer, *Preparation of nonmagnetic taconites for flotation by selective flocculation*, VIII. Int. min. proc. congr., Paper *D-9*, Leningrad, 1968.
9. L. Usoni, G. Rinelli, A. M. Marabini, G. Ghigi, *Selective properties of flocculants and possibilities of their use in flotation of fine minerals*, VIII Int. min. proc. congr., Paper *D-13*, Leningrad, 1968.
10. G. Ghigi, *Flotation of quartz with some polymer complex collectors*, Trans. I.M.M., Sect. C, **77** (1968).
11. A. D. Read, *Selective flocculation of fine mineral suspensions*, Report No. LR 106(MP), Warren Spring Laboratory, Stevenage, 1969.
12. C. P. Priesing, *A theory of coagulation useful for design*. Ind. and Engn. Chem., **54**, *8* (1962).
13. R. W. Slater, J. P. Clark, J. A. Kitchener, *Chemical factors in the flocculation of mineral slurries with polimeric flocculants*, Proceedings of the British Ceramic Society, june 1969, London.
14. A. S. Michaels, *Aggregation of suspensions by Polyelectrolytes*, Ind. and Engng. Chem., **46**, *7* (1954).
15. L. A. Adorjan, *Some aspects of flocculation*, Coal Preparation, july/aug. and sept/oct. (1968).
16. W. F. Linke, R. B. Booth, *Physical chemical aspects of flocculation by polymers*, Trans. AIME, **217**, 1960.
17. S. F. Kuzkin, W. P. Nebera, S. N. Zolin, *Aspects of the theory of suspension flocculation by polyacrilamides*, VII Int. min. proc. congr., Gordon and Breach Publishers, New York, 1964.
18. T. W. Healy, V. K. La Mer, *Flocculation of mineral dispersions by polymers*, VII Int. min. proc. congr., Gordon and Breach Publishers, New York, 1964.
19. O. Griot, J. A. Kitchener, *Role of surface silanol groups in the flocculation of silica suspensions by polyacrilamide*, Trans. of the Faraday Soc., **61**, *509* (1965).
20. J. M. Cases, *Sur la determination du point de charge nulle des tectosilicates en milieu aqueux*, C.R. Acad. Sci., Paris, **262** (1966).
21. L. Mihăilescu, D. Tulliu, *Utilizarea poliacrilamidei la epurarea apelor reziduale provenite din industria carboniferă*, Revista Minelor, **11** (1968).

CERCETĂRI PRIVIND INFLUENȚA ALIERII CU AZOT ȘI ALUMINIU ASUPRA PROPRIETĂȚILOR MECANICE ALE OȚELULUI 35M16

PETRE TUDORAN
Institutul politehnic Brașov

ȘTEFAN MANTEA
Institutul politehnic București

În cadrul lucrării se cercetează influența separată a azotului și influența cumulată a azotului și aluminiului ca elemente de aliere asupra caracteristicilor mecanice ale oțelului 35M16.
Din cercetările efectuate rezultă că alierea numai cu azot a oțelului aflat în stare călită și revenită determină ridicarea caracteristicilor de rezistență și coborîrea celor de plasticitate și tenacitate, reziliența ajungînd sub valorile minime prevăzute de STAS pentru această marcă.
Alierea cu azot și aluminiu determină în schimb ridicarea considerabilă a proprietăților de rezistență și menținerea la valori ridicate, peste valorile minime prevăzute de STAS, a caracteristicilor de plasticitate și tenacitate.
Se trage concluzia că alierea cu azot și aluminiu creează posibilitatea obținerii la oțelul 35M16 a unor caracteristici mecanice mult superioare celor ale mărcii de bază, existînd astfel perspectiva înlocuirii cu oțel 35M16 aliat cu azot și aluminiu a unor mărci superioare, aliate cu elemente mai scumpe și deficitare.

1. INTRODUCERE

Cercetări efectuate în ultimul timp [1]—[10] au evidențiat posibilitatea ridicării proprietăților mecanice ale unor oțeluri de construcție prin ridicarea conținutului lor în azot peste limitele în care azotul se află în ele ca element însoțitor.

Pentru ca azotul să nu apară în stare moleculară și să determine apariția de sufluri, oțelurile de construcție aliate cu azot conțin în mod obișnuit unul sau mai multe elemente capabile de a lega azotul în nitruri.

Formarea nitrurilor, pe lîngă că preîntîmpină apariția azotului în stare moleculară nedorită, contribuie în același timp la ridicarea proprietăților mecanice ale oțelurilor respective.

În literatura de specialitate, exceptînd lucrarea [7], cercetările efectuate în direcția alierii cu azot a oțelurilor de construcție au fost îndreptate în special asupra oțelurilor de construcție cu conținut scăzut de carbon.

2. SCOPUL LUCRĂRII

În lucrarea de față cercetările au fost îndreptate în direcția studierii influenței alierii cu azot asupra proprietăților mecanice ale unui oțel de îmbunătățire.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 145 — 154, 1971

Drept element generator de nitruri a fost ales aluminiul, element accesibil. A apărut astfel necesitatea cercetării influenţei separate a azotului şi influenţei cumulate a azotului şi aluminiului asupra proprietăţilor mecanice ale oţelului.

Pentru experimentări a fost aleasă marca 35M16, aliată cu un element accesibil (Mn) avînd proprietăţi mecanice medii, urmărindu-se posibilitatea ridicării la această marcă a caracteristicilor mecanice prin aliere cu azot şi aluminiu, elemente de asemenea ieftine.

Obţinerea unor rezultate favorabile pe această linie ar deschide posibilitatea extinderii domeniului de utilizare a mărcii 35M16 la piese supuse unor solicitări mai mari şi înlocuirea pentru astfel de piese cu marca 35M16, aliată cu azot şi aluminiu, a unor oţeluri mai scumpe, aliate cu elemente deficitare.

3. MATERIALUL ŞI METODICA DE CERCETARE

În vederea cercetării influenţei azotului şi aluminiului asupra proprietăţilor mecanice ale oţelului 35M16, au fost elaborate şarje experimentale de oţel 35M16 cu conţinuturi diferite de azot şi aluminiu.

Elaborarea şarjelor s-a efectuat într-un cuptor cu inducţie cu frecvenţă 2500 Hz cu creuzet acid şi avînd o capacitate de aproximativ 125 kg.

Pentru cercetarea influenţei separate a azotului s-a căutat să se obţină şarje cu conţinut apropiat de aluminiu (nealiniate cu Al) şi conţinut variabil de azot (şarjele 16, 42 şi 43), iar pentru cercetarea influenţei cumulate a azotului şi aluminului şarje aliate cu azot şi cu aluminiu (şarjele 21, 23 şi 24 din grupa D şi şarja 42 din grupa A).

Compoziţia chimică a şarjelor selecţionate pentru cercetări este dată în tabela 1.

Tabela 1

Compoziţia chimică a şarjelor experimentale selecţionate pentru cercetări

Grupa de şarje	Nr. şarjei	Elemente, %				
		C	Mn	Si	Al	N
Şarja de referinţă	16	0,35	1,59	0,35	0,015	0,01
A	42	0,36	1,54	0,39	0,016	0,02
	43	0,37	1,58	0,39	0,014	0,024
D	21	0,34	1,44	0,44	0,02	0,02
	23	0,34	1,48	0,47	0,056	0,019
	24	0,35	1,47	0,42	0,118	0,02

Din cauza creuzetului acid, conţinutul de siliciu depăşeşte cu puţin (maximum 0,1 %) limitele prescrise pentru marca 35M16.

Conţinutul de P şi S se află în limitele normale respectiv sub 0,031 %P şi sub 0,021 %S.

Azotul a fost introdus în baie sub formă de mangan azotat cu un conţinut de 6% N.

Aluminiul a fost introdus sub formă de bucăţi metalice şi întotdeauna după azot. Aceasta din cauză că în cazul cînd aluminiul se introduce în baie înaintea azotului el poate să formeze alţi compuşi chimici ca de exemplu Al_2O_3 şi să nu mai lege azotul în nitruri de aluminiu [12].

Turnarea s-a efectuat în lingotiere de fontă prevăzute cu maselote, obţinîndu-se lingouri de 290 mm lungime şi avînd secţiune de 105 × × 105 mm în partea superioară şi 75 × 75 mm în partea inferioară.

După solidificare lingourile au fost supuse unei recoaceri la temperatura de 850—880°C cu menţinere de 4 h, decojite şi forjate în bare de Ø 35 mm.

Forjarea s-a efectuat la un ciocan de 400 kg, temperatura începutului forjării fiind de 1200—1250°C, iar a sfîrşitului de 850—900°C.

Pentru confecţionarea epruvetelor de tracţiune, din barele de Ø 35 mm au fost obţinute în continuare, prin forjare manuală la ciocan, bare de Ø 15 mm, iar pentru executarea epruvetelor de rezilienţă-bare cu secţiune pătrată de 13 × 13 mm. Barele de aceste secţiuni au fost apoi debitate la lungimile necesare pentru executarea epruvetelor de tracţiune şi rezilienţă.

Materialul astfel obţinut a fost împărţit în patru loturi diferite, fiecare lot cuprinzînd bucăţile de bară necesare pentru cîte trei epruvete de tracţiune şi pentru cîte trei epruvete de rezilienţă. Cele patru loturi au fost supuse normalizării de la 850—880°C, călirii de la 850° în ulei şi revenirii timp de 1 h, la temperaturile de 450°C (lotul 1), 500°C (lotul 2), 550°C (lotul 3) şi 600°C (lotul 4). Răcirea după revenire s-a efectuat în apă.

Din barele astfel tratate au fost executate epruvete de tracţiune cu secţiunea rotundă avînd dimensiunile: $d_0 = 10$ mm; $D = 14$ mm şi $h = 45$ mm, în conformitate cu STAS 200—67 şi epruvete de rezilienţă cu [] = 10 mm; $l = 55$ mm şi crestătură în formă de „U" de 2 mm, în conformitate cu STAS-ul 1400—66.

Încercarea epruvetelor de tracţiune s-a efectuat la o maşină de încercat la tracţiune de 20 tone, iar a epruvetelor de rezilienţă la un pendul Charpy.

Valorile figurate în diagramele construite reprezintă media aritmetică a rezultatelor obţinute la încercarea a trei epruvete.

4. REZULTATELE OBŢINUTE ŞI INTERPRETAREA LOR

4.1. *Influenţa separată a azotului asupra proprietăţilor mecanice.* Influenţa separată a azotului a fost urmărită pe şarje nealiate cu aluminiu şi avînd conţinuturi diferite de azot respectiv şarja 16, luată ca şarjă de referinţă, conţinînd 0,01% N, şarja 42, cu 0,02%N şi şarja 43 cu 0,024% N.

Rezultatele obţinute sînt prezentate grafic în diagramele din figurile 1—3. Astfel, în figura 1 este prezentată variaţia rezistenţei la rupere în funcţie de temperatura de revenire la şarje cu conţinut diferit de azot, în figura 2 — variaţia alungirii la rupere, iar în figura 3 variaţia rezi-

lienţei în funcţie de temperatura de revenire la şarje cu conţinut diferit de azot.

După cum rezultă din aceste diagrame, creşterea conţinutului de azot de la 0,01 la 0,02 % determină o ridicare substanţială a valorilor rezistenţei

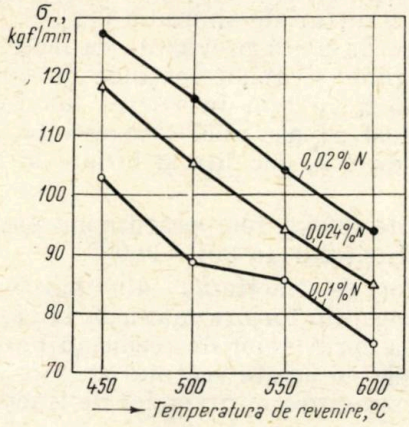


Fig. 1

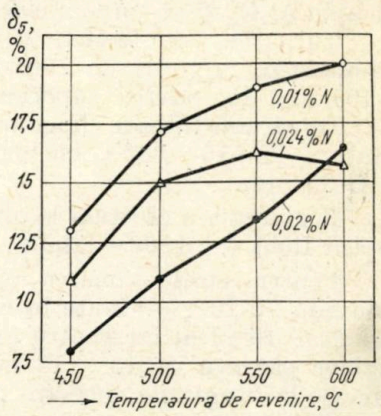


Fig. 2

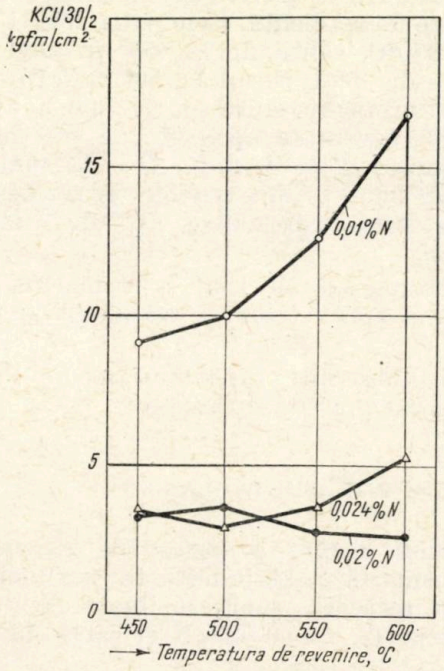


Fig. 3

Fig. 1. — Influenţa azotului asupra rezistenţei la rupere a oţelului 35M16, revenit la temperaturi diferite ○ — 0,01 % N; ● — 0,02 % N; △ — 0,024 % N.

Fig. 2. — Influenţa azotului asupra alungirii la rupere a oţelului 35M16, revenit la temperaturi diferite. ○ — 0,01 % N; ● — 0,02 % N; △ — 0,02 % N.

Fig. 3. — Influenţa azotului asupra rezilienţei oţelului 35M16, revenit la temperaturi diferite. ○ — 0,01 % N; ● — 0,02 % N; △ — 0,024 % N.

la rupere şi o scădere a valorilor alungirii la rupere. Ridicarea în continuare a conţinutului de azot de la 0,02 la 0,024 % determină o anumită

scădere a valorilor rezistenţei la rupere şi o ridicare a valorilor alungirii la rupere.

În ceea ce priveşte rezilienţa, aşa cum se vede din figura 3, valorile acestei caracteristici scad considerabil odată cu ridicarea conţinutului de azot de la 0,01%N la 0,02% N, menţinîndu-se la valori apropiate prin ridicare în continuare a procentajului de azot de la 0,02% la 0,024% N.

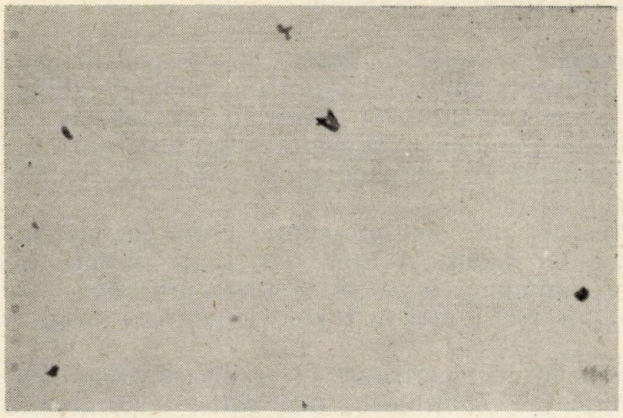


Fig. 4. — Nitruri grosolane de aluminiu în oţelul cu 0,024%N şi 0,014% Al. 100 :1.

Explicaţia acestei influenţe a azotului ar putea fi legată de variaţia cu creşterea conţinutului de azot din oţel a cantităţii de nitruri şi a dimensiunilor acestor nitruri.

Date obţinute anterior [15] arată că la conţinuturile analizate (0,01—0,024% N), azotul nu influenţează în mod sensibil microstructura oţelului. El influenţează însă cantitatea de nitruri de aluminiu. Cu creşterea conţinutului de azot cantitatea de nitruri de aluminiu creşte. Este posibil ca o dată cu creşterea conţinutului de azot din oţel să intervină modificări şi în dimensiunile lor. Ori efectul de blocare a dislocaţiilor de către nitruri se manifestă numai atunci cînd dimensiunile lor nu depăşesc anumite limite [13], [14].

Se poate presupune că prin creşterea conţinutului de azot de la 0,01 la 0,02%, aşa cum se arată şi în [15] creşte cantitatea de nitruri fine care se opun mişcării dislocaţiilor, ceea ce determină o creştere a valorii rezistenţei la rupere şi o scădere a valorii alungirii la rupere.

Creşterea conţinutului de azot în continuare poate să determine mărirea dimensiunilor particulelor de nitruri, ceea ce reduce efectul de frînare a dislocaţiilor de către ele, determinînd în felul acesta o reducere a valorii rezistenţei la rupere şi o creştere a valorilor alungirii la rupere. În favoarea unei astfel de explicaţii pledează şi figura 4, care evidenţiază prezenţa în şarja cu 0,024%N a unor nitruri grosolane de aluminiu.

Ridicarea valorii rezistenţei la rupere de către azot este semnalată şi în lucrările [1], [5], [7—8], fără a se evidenţia însă posibilitatea, observată în cadrul prezentei lucrări la oţelul 35M16, ca începînd de la anumite

conţinuturi de azot cu creşterea procentajului acestui element rezistenţa la rupere să marcheze o scădere, iar alungirea la rupere o anumită creştere.

Avînd în vedere faptul că prin aliere numai cu azot caracteristicile de tenacitate coboară la şarjele cercetate sub valorile minime prevăzute de STAS 791—66 pentru marca 35M16, se conchide că alierea numai cu azot a acestei mărci nu poate fi recomandată. Datorită acestui fapt în continuare se cercetează rezultatele obţinute prin aliere simultană a oţelului 35M16 şi cu azot şi cu aluminiu.

4.2. *Influenţa cumulată a azotului şi aluminiului asupra proprietăţilor mecanice.* Influenţa cumulată a azotului şi aluminiului a fost urmărită pe şarjele din grupa D (21, 23, 24) aliate cu aproximativ 0,02% N şi procentaje variabile de aluminiu, completate cu şarja 42 conţinînd tot 0,02%N, dar nealiată cu aluminiu şi cu şarja 16, de referinţă, nealiată nici cu azot şi nici cu aluminiu.

Rezultatele obţinute sînt prezentate grafic în figurile 5—7.

Diagrama din figura 5 arată că toate şarjele aliate cu azot ($\sim$ 0,02% N) şi aluminiu, la toate temperaturile de revenire cercetate, prezintă valori ale rezistenţei la rupere superioare celor ale şarjei de referinţă 16.

Caracteristicile de plasticitate (δ_5) sînt superioare celor ale şarjei de referinţă numai la conţinuturi mai ridicate de aluminiu, respectiv 0,056% Al (şarja 23) şi 0,118% Al (şarja 24).

Caracteristicile de tenacitate (KCU) sînt superioare celor ale şarjei de referinţă tot numai la conţinuturi mai mari de aluminiu respectiv 0,056% Al (şarja 23) şi 0,118% Al (şarja 24).

Rezultă deci că la şarjele 23 şi 24 aliate cu aproximativ 0,02% N şi 0,056% Al (şarja 23), respectiv 0,118% Al (şarja 24) se obţin proprietăţi superioare atît de rezistenţă cît şi de plasticitate şi tenacitate faţă de şarja de referinţă (16), nealiată nici cu azot şi nici cu aluminiu.

În ceea ce priveşte influenţa temperaturii de revenire se constată că la şarjele 23 şi 24 revenite la temperatura de 450°C se obţin proprietăţi superioare de rezistenţă şi tenacitate faţă de cele obţinute la şarja de referinţă 16 revenită la temperatura de 500°C. Doar alungirea la rupere este puţin inferioară celei ale şarjei 16 revenită la 500°C, ea situîndu-se însă peste valoarea minimă admisă de STAS 791—66 pentru marca 35M16.

Pentru comparaţie, în tabela 2 sînt prezentate caracteristicile mecanice ale şarjelor 23 şi 24 aliate cu azot şi alminiu alături de cele ale şarjei 16, nealiate nici cu azot şi nici cu aluminiu, dar elaborate în aceleaşi condiţii şi alături de cele prevăzute de STAS 791—66 pentru marca de bază 35M16 şi pentru unele mărci superioare, respectiv 41MoC11 şi 41CN12.

Din compararea datelor prezentate în acest tabel rezultă următoarele :

Orientîndu-ne după valorile rezistenţei la rupere a şarjei de referinţă 16, elaborată în condiţii similare cu şarjele 23 şi 24 aliate cu azot şi aluminiu, se poate aprecia că prin aliere cu azot şi aluminiu rezistenţa la rupere creşte cu aproximativ 15 kgf/mm^2.

Prin aliere cu azot şi aluminiu se constată totodată o îmbunătăţire substanţială a valorii limitei de curgere. La şarja de referinţă pe diagrama încercării la tracţiune nici nu a apărut palierul sau inflexiunea caracte-

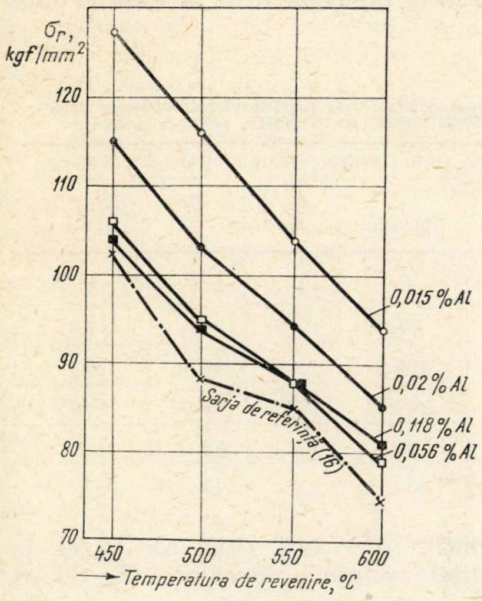


Fig. 5

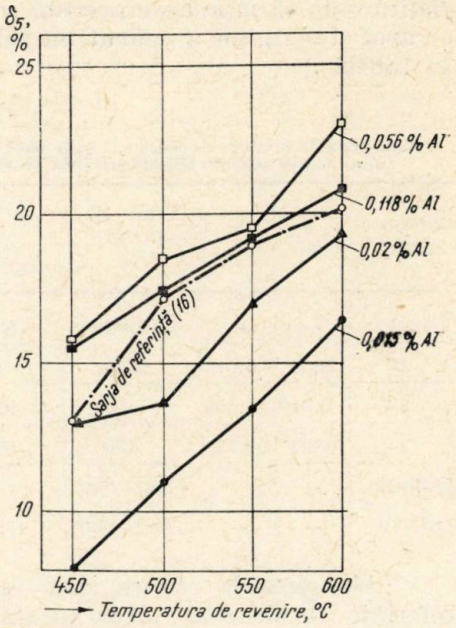


Fig. 6

Fig. 5. — Influența aluminiului asupra rezistenței la rupere a oțelului 35M16 aliat cu azot (~0,02 % N) și aluminiu și revenit la temperaturi diferite. ○ — 0,015 % Al; ● — 0,02 % Al; □ — 0,056 % Al; ■ — 0,118 % Al.

Fig. 6. — Influența aluminiului asupra alungirii la rupere a oțelului 35M16 aliat cu azot (~0,02 % N) și aluminiu revenit la temperaturi diferite. ● — 0,015 % Al; ▲ — 0,02 % Al; □ — 0,056 % Al; ■ — 0,118 % Al.

Fig. 7. — Influența aluminiului asupra rezilienței oțelului 365M16 aliat cu azot (~0,02 % N) și aluminiu și revenit la temperaturi diferite. ○ — 0,015 % Al; ● — 0,02 % Al; □ — 0,056 % Al, ■ — 0,118 % Al.

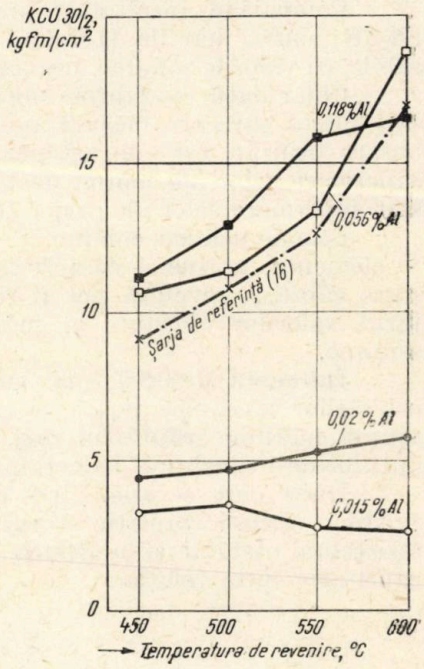


Fig. 7

ristică care să marcheze această proprietate, în timp ce la şarjele aliate cu azot şi aluminiu a apărut un palier foarte bine conturat la valorile date în tabela 2.

Tabela 2

Caracteristicile mecanice ale şarjelor 23 şi 24 aliate cu azot şi aluminiu şi ale şarjei de referinţă 16 comparate cu caracteristicile mecanice minime prevăzute de STAS 791/66 pentru mărcile 35M16, 41MoC11 şi 41CN12

Notarea şarjei	N %	Al %	Temp. de revenire °C	Caracteristicile mecanice după călire şi revenire				
				$\sigma_{0,2}$ kgf/mm²	σ_r, kgf/mm²	δ_5, %	Z, %	$Kcu_{30/2/10}$, kgfm/cm²
35M16	—	—	480—580	50	70	14	50	8
16	0,01	0,015	500	—	88,66	17,25	56,6	10,81
23	0,019	0,056	450	98,4	106,16	15,83	59,43	10,7
24	0,02	0,118	450	97,23	104,13	15,73	59,96	11,05
41MoC11	—	—	500—600	75	95	11	50	8
41CN12	—	—	500—600	85	100	11	45	7

Alungirea la rupere, deşi este puţin inferioară celei ale şarjei de referinţă se situează totuşi peste limitele minime prevăzute de STAS pentru marca de bază.

Gîtuirea la rupere şi rezilienţă prezintă valori apropiate sau superioare celor ale mărcii de bază.

Comparînd rezultatele obţinute cu valorile minime prevăzute de STAS pentru mărcile 41MoC11 şi 41CN12 constatăm că ele sînt comparabile cu valorile minime prevăzute de STAS pentru mărcile respective.

Chiar dacă rezultatele obţinute la şarjele aliate cu azot şi aluminiu sînt într-o oarecare măsură mai ridicate datorită şi procedeului de elaborare utilizat, este de aşteptat ca şi în condiţii industriale ele să fie superioare celor ale mărcii de bază aşa cum rezultatele şarjelor 23 şi 24 sînt superioare celor ale şarjei 16, elaborată în aceleaşi condiţii.

Cele de mai sus conduc la concluzia că prin aliere cu azot şi aluminiu — elemente ieftine — caracteristicile mecanice ale oţelului 35M16 în stare călită şi revenită pot fi ridicate considerabil, ele putînd ajunge în jurul valorilor obţinute la mărci superioare, aliate cu elemente mai scumpe.

Influenţa descrisă mai sus a azotului şi aluminiului asupra proprietăţilor mecanice poate fi explicată prin influenţa acestor elemente asupra mărimii grăuntelui real pe de o parte şi asupra naturii şi conţinutului de incluziunui nemetalice pe de altă parte.

După cum se ştie, între rezistenţa oţelului şi mărimea grăuntelui există o strînsă corelaţie. După Petch şi colab. [16] dependenţa dintre rezistenţa oţelului şi mărimea grăuntelui de ferită poate fi exprimată cantitativ prin relaţia :

$$\sigma_f = \sigma_0 + kl^{-\frac{1}{2}},$$

în care : σ_f este tensiunea de curgere,

σ_0 — efortul echivalent cu tensiunea de frecare în reţea,
k — constantă,
l — diametrul grăuntelui.

Şarjele 23 şi 24 aliate cu azot şi aluminiu prezintă un grăunte real de punctaj 9—10 faţă de şarja 16 care prezintă grăunte real de punctaj 7 după scara ASTM. Micşorarea mărimii grăuntelui real prin aliere cu azot şi aluminiu conduce, aşa cum reiese din formula lui Petch la micşorarea factorului „l" şi creşterea valorii lui σ_y.

Pe de altă parte şarja 24 aliată cu azot şi aluminiu este mai pură în privinţa incluziunilor nemetalice decît şarja 16. Dacă în şarja 16 suma punctajului incluziunilor nemetalice pe acelaşi cîmp, determinată după STAS 5949—65, este de 3,5 la şarja 24 aceeaşi sumă este doar de 2.

Ridicarea purităţii oţelului în privinţa incluziunilor nemetalice poate să determine de asemenea o ridicare a valorilor proprietăţilor mecanice.

5. CONCLUZII

A. Cercetarea influenţei azotului asupra caracteristicilor mecanice ale oţelului 35M16 a arătat că în stare călită şi revenită influenţa acestui element se manifestă în direcţia ridicării valorilor rezistenţei la rupere şi a scăderii valorilor alungirii la rupere şi a rezilienţei rezultînd că prin aliere numai cu azot pot fi ridicate doar caracteristicile de rezistenţă, caracteristicile de tenacitate rămînînd sub valorile minime prevăzute de STAS pentru marca respectivă.

B. Alierea cu azot şi aluminiu în anumite proporţii duce la creşterea valorilor rezistenţei la rupere, caracteristicile de plasticitate şi tenacitate menţinîndu-se peste valorile minime prevăzute de STAS pentru marca respectivă. Prin aliere cu azot şi aluminiu în anumite proporţii poate fi obţinută o creştere a valorii rezistenţei la tracţiune cu aproximativ 15 kgf/mm^2.

C. Cele de mai sus conduc la concluzia că alierea cu azot şi aluminiu creează posibilitatea obţinerii la oţelul 35M16 a unor caracteristici mecanice mult superioare celor ale mărcii de bază. Aceste caracteristici obţinute la oţelul 35M16 aliat cu azot şi aluminiu sînt comparabile cu cele ale unor oţeluri superioare aliate cu elemente mai scumpe.

D. Din cercetările efectuate şi rezultatele obţinute rezultă că există posibilitatea înlocuirii într-o serie de cazuri a unor mărci mai scumpe de oţeluri aliate cu elemente deficitare, cu marca 35M16 aliată cu azot şi aluminiu, elemente ieftine.

BIBLIOGRAFIE

1. Wiester H. I., Vegels H. A., Ulmer H., *Stickstoff als Legierungselement in Mangan-Vanadin-Baustählen aus dem Siemens-Martin-Ofen*, Stahl und Eisen, **79**, *16*, 1120—1129 (1959).
2. * * * *IN- treated steel approved by Nippon Kaiji Schipbuilding*, Japan Schipp and Schipbuilding, **8**, *9*, 42 (1963).
3. Kobrin C. L., *Nidrides strengthen steels*, Iron Age Metallwork International **3**, *5*, 20—21 (1964).

4. Brozzo P., Berruti V., Di Bartolo S., Michelucci S., *Aciers de construction a haute resistance avec additions de niobium et d'azote*, Revue de Métallurgie, mai 475—491 (1964).
5. Klausting E. A., Petunina E. V., *Iziscanie stali povişennoi procinosti dlia stroitelnîh construcţi*, Stali, *1*, 56—60 (1965).
6. Nakamura M., Kurijama I., Iamadzaki I., *Kagaku soti*, Plant and Process, **7**, *10*, 24—33 (1965).
7. Panfilova L. M., Golstein M. I., *Uprocinenie ulucişaemîh construcţionnîh stalei malimi dobavcami azota, vanadiia i aliuminiia*, Metallovedenie i termicescaia obrabotca metallov, *10*, 22—27 (1966).
8. Barataşvili I. B., Berejiani V. M., *Azotistîe trubnîe stali*, Metallovedenie i termiceskaia obrabotca metallov, *10* 70—72 (1964).
9. Drăgan N., Costescu M., Morţun A., Iacob Minodora, *Vliianie azota kak leghiruiuşcevo. elementa v staliah s.o.*, 1—0,2% *ugleroda i nebolşimi dobavcami vanadiia i niobiia* Simpozionul de metalurgie fizică, 12—15 mai, 1969, Varna.
10. Drăgan N., Costescu M., Morţun A., Iacob Minodora, *Oţeluri sudabile pentru construcţii metalice aliate cu azot, vanadiu şi niobiu*, Metalurgia, *6—7*, 340—348 (1969).
11. Drăgan N., Costescu M., Morţun A., Iacob Minodora, *Influenţa azotului ca element de aliere în oţelurile cu 0,1—0,2% carbon şi adaosuri mici de vanadiu şi niobiu*, Studii şi cercetări de metalurgie, **15**, *1*, 17—28 (1970).
12. Meskin V. S., *Osnovi leghirovaniia stali*, Izd. Metallurghiia 1964.
13. Mantea St., Geru N., Dulămiţă T., Rădulescu Maria, *Metalurgie fizică*, Ed. tehnică, Bucureşti, 1970.
14. Dieter Jr. G. E., *Metalurgie mecanică* (trad. din l. engleză), Ed. tehnică, Bucureşti, 1970.
15. Tudoran P., Mantea St., *Cercetări privind influenţa separată şi cumulată a azotului şi aluminiului asupra structurii primare a oţelului 35M16 aliat cu azot şi aluminiu*, Studii şi cercetări de metalurgie, *2* (1970).
16. Kelly P. M., Nutting J., *High-strength steels*, Papers and discussions from the conference on high-strength steels, Harrogate on 23 and 24 May 1962.

ALGORITM PENTRU DETERMINAREA GRADIENTULUI DE STRUCTURI ÎN SECȚIUNEA PRODUSELOR METALICE TRATATE TERMIC

T. DULĂMIȚĂ, L. CINCĂ, E. FLORIAN
Institutul politehnic, București

Pornind de la datele curbei durităților probei călite frontal, determinată parametric prin metode ale analizei regresive multiple și verificată experimental cu cca. 150 șarje reprezentînd 12 mărci de oțel carbon și aliat de îmbunătățire, autorii au alcătuit un algoritm cu ajutorul căruia să se ajungă la determinarea gradientului de structuri și de durități în secțiunea unui produs metalic de anumite forme și dimensiuni, austentizat și călit în anumite condiții. Metoda are avantajul că poate evita în anumite condiții utilizarea curbelor termocinetice, limitată de dificultățile de trasare a lor, și de sensibilitatea poziției curbelor față de influența factorilor creditari.

A. CONSIDERAȚII INTRODUCTIVE PRIVIND CONDIȚIILE STABILIRII UNUI ALGORITM GRAFIC

1. Metode grafice bazate pe utilizarea diagramelor termocinetice

În secțiunea unui produs din oțel (semifabricat, piesă, sculă) natura și proprietățile fazelor și constituienților variază ca urmare a dependenței cineticii și morfologiei transformărilor de o serie de factori. Dintre aceștia compoziția și gradul de omogenitate chimică a austenitei și viteza de răcire au o influență determinantă.

Gradientul de structuri în secțiune este determinat în principal de doi factori:

— Cinetica și morfologia transformării la răcire a austenitei subrăcite, la diferite viteze de răcire;

— Distribuția în secțiunea produsului a vitezelor de răcire în condițiile date ale regimului termic.

În ceea ce privește parametrii termici și temporali ai încălzirii pentru austenitizare, acțiunea lor este luată în considerare ca factori de influență asupra compoziției chimice, gradului de omogenitate chimică și dimensiunii grăunților.

Pentru un oțel de o anumită marcă provenind dintr-o anumită șarjă, se trasează diagrame ale cineticii transformării la răcire continuă a austenitei subrăcite. Pe aceste diagrame (fig. 1*a* și 1*b*) sînt indicate pro-

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 155 – 167, 1971

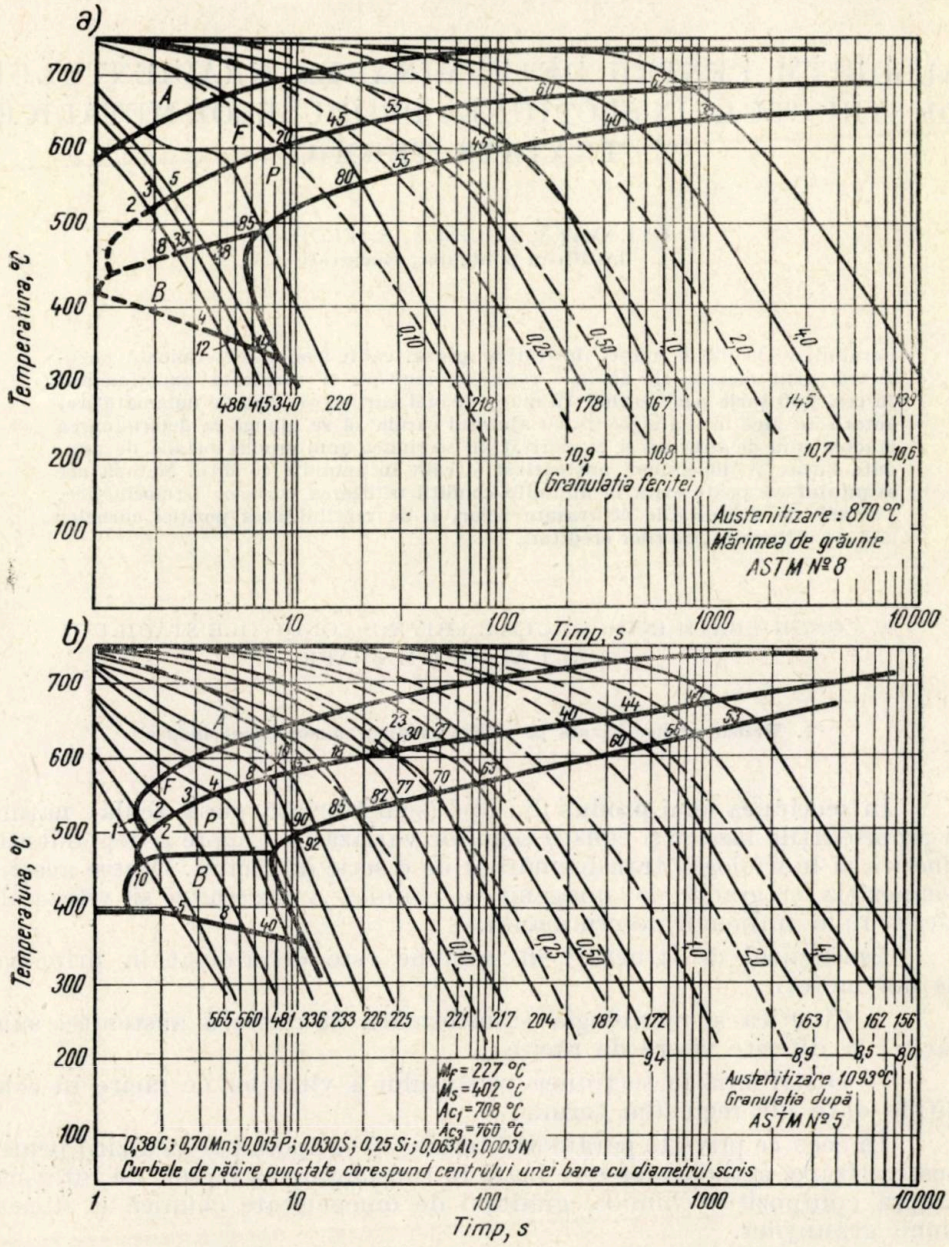


Fig. 1. — Diagrame termocinetice ale unui oțel nealiat cu 0,40 % C.

a — temperatura de austenitizare 870°C, granulația austenitică punctaj 8; *b* — temperatura de austenitizare 1093°C; granulația austenitică punctaj 5 [1].

porţiile constituienţilor şi duritătile corespunzătoare structurilor formate prin răciri cu anumite viteze. Sînt de asemenea indicate curbele de răcire corespunzătoare centrelor unor produse cu anumite diametre (indicate pe aceste curbe) la răcire în aer. Curbele corespunzătoare anumitor viteze de răcire pot fi exprimate fie prin valoarea vitezei de răcire în intervalul de temperaturi 800—500°C, fie prin valoarea unui coeficient (notat cu λ)

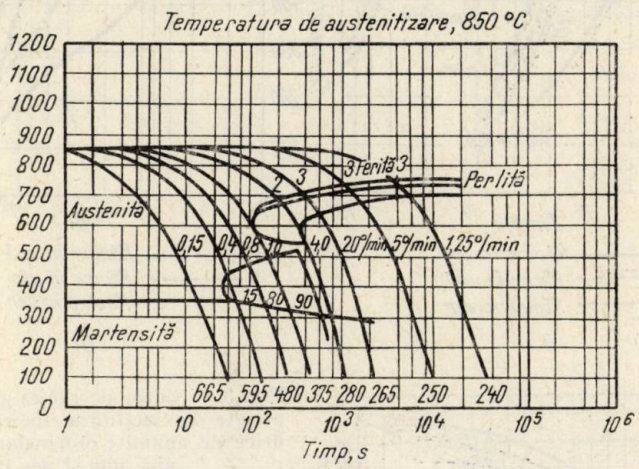


Fig. 2. — Exemplu de suprapunere peste curbele diagramei termocinetice a curbelor corespunzînd diferitelor viteze de răcire, exprimate prin coeficientul λ sau prin valoarea vitezei de răcire între 800 şi 500°C [2].

reprezentînd (în secunde) durata necesară răcirii între 800 şi 500°C (fig. 2). Prin interpolare se poate aprecia proporţia constituienţilor structurali şi duritătile corespunzătoare fiecărei valori a vitezei de răcire.

Cunoscînd valoarea vitezei de răcire corespunzătoare unei anumite zone din volumul produsului tratat termic, se poate stabili proporţia constituienţilor şi valoarea durităţii pentru un anumit oţel şi un anumit regim termic.

Trasarea acestor curbe peste diagramele termocinetice reflectă al doilea aspect al problemei în discuţie şi anume reprezentarea grafică a repartiţiei vitezelor de răcire într-un corp metalic răcit în anumite condiţii date.

În aceleaşi coordonate t — log .τ aceste curbe au forme de felul celor prezentate în figura 3.

Utilizarea acestor curbe în vederea determinării proporţiilor constituienţilor structurali şi valoril or corespunzătoare ale durităţii constă în suprapunerea lor peste diagramele transformării la răcire continuă a austenitei subrăcite de felul celor din figura 1.

Parametrul răcirii (λ) poate fi folosit în acelaşi scop prin intermediul graficelor din figura 4*a* şi 4*b* a căror utilizare prezintă avantajul că permite să se stabilească pentru orice zonă din volumul unui produs cu un anumit diametru, proporţia constituienţilor structurali şi valoarea durităţii. Determinînd grafic pentru zona respectivă valoarea coeficientului λ pentru

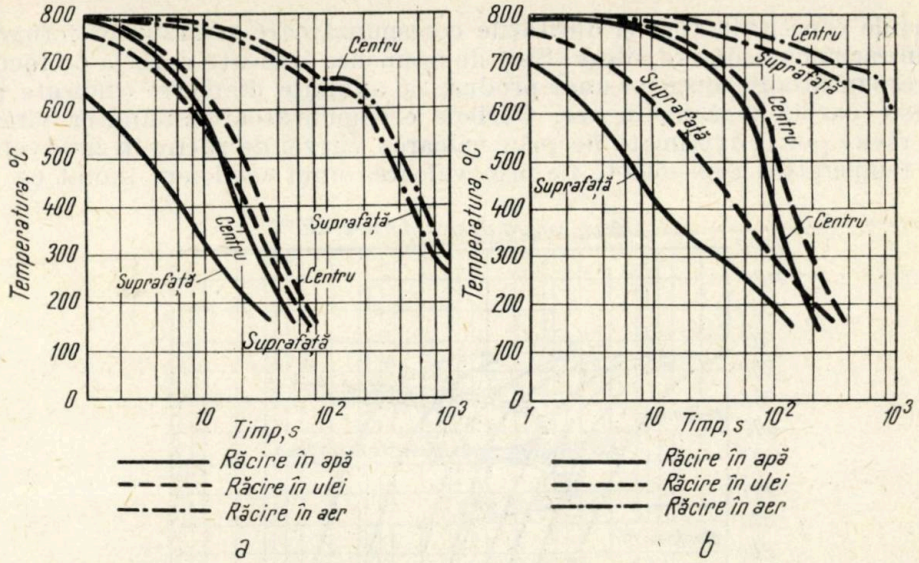


Fig. 3. — Curbe de răcire pentru diferite puncte din secțiunea unor probe cilindrice de anumite dimensiuni la răcire în apă, ulei și aer [3].

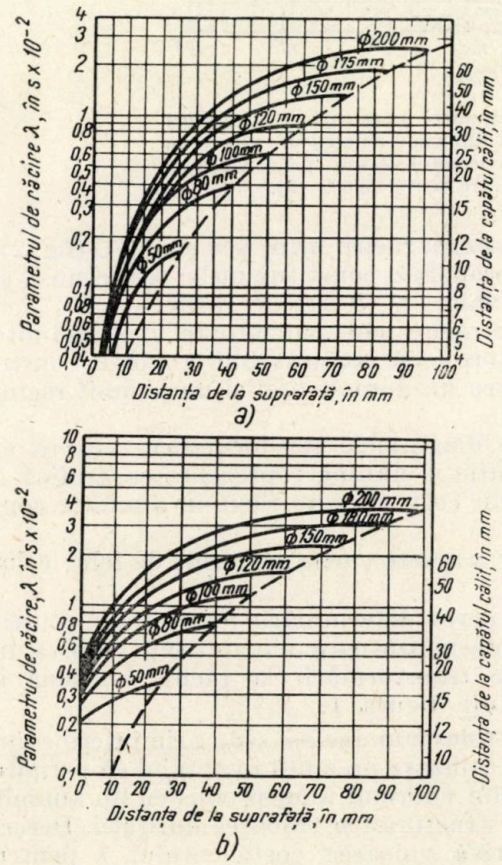


Fig. 4. — Exemple de grafice pentru stabilirea cu ajutorul valorii coeficientului λ, a vitezelor de răcire în puncte situate la diferite distanțe de la suprafața produselor cilindrice de anumite diametre [2].

a — pentru cazul răcirii în apă ; *b* — pentru cazul răcirii în ulei.

răcire în apă sau în ulei se găsesc prin interpolare cu ajutorul diagramelor termocinetice de felul celei din figura 2 valorile corespunzătoare pentru proporția constituienților structurali și duritate.

2. Metode grafice bazate pe utilizarea datelor călirii frontale

Gradientului de structuri și de durități determinat pe înălțimea probei călite frontal îi corespunde un gradient de valori ale vitezei de răcire care poate fi descris fie cu ajutorul curbelor de răcire în coordonate

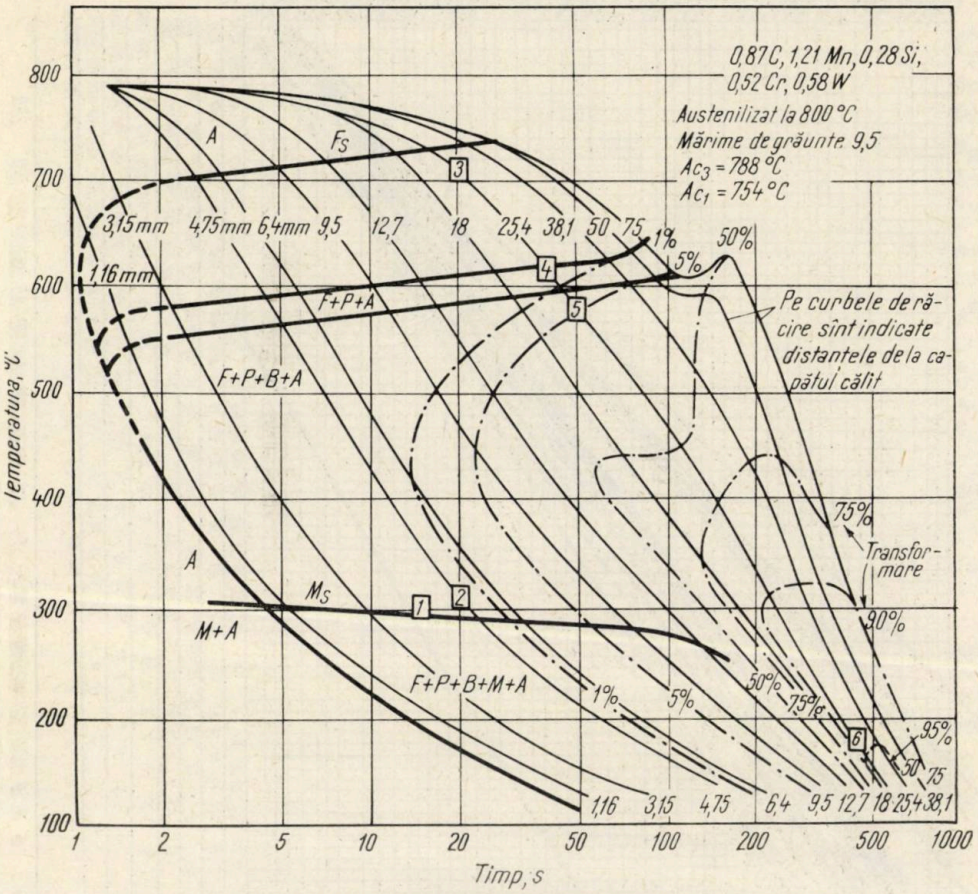
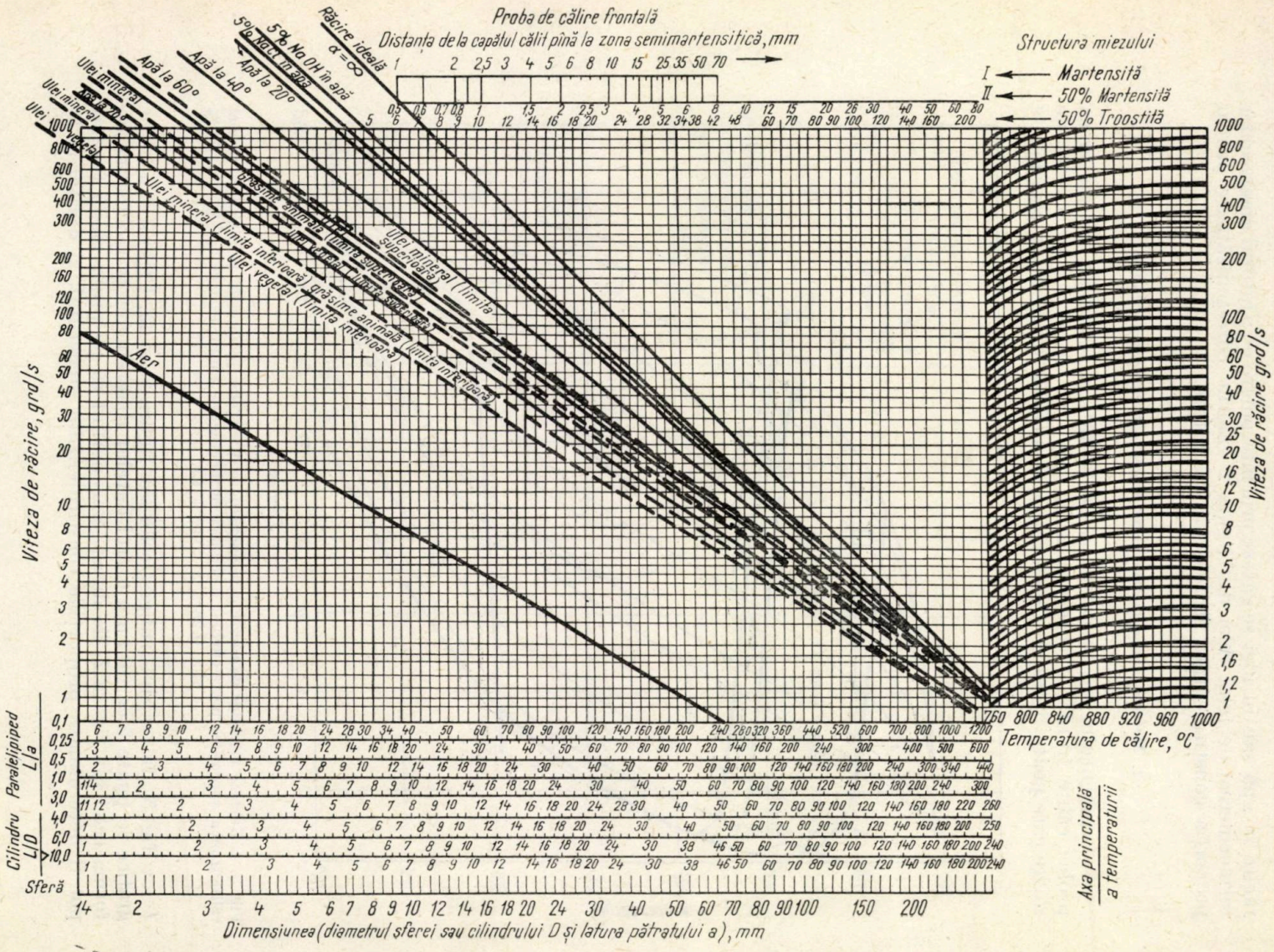


Fig. 5. — Curbele vitezelor de răcire corespunzătoare diferitelor puncte de pe înălțimea probei călite frontal suprapuse peste curbele diagramei termocinetice a unui oțel cu 0,87% C; 1,21% Mn, 0,28% Si, 0,52% Cr, 0,58% N [4].

$t - \tau$ (fig. 5), fie cu ajutorul graficelor din figura 4*a* și 4*b*. Utilizarea acestor grafice se poate face fie cu ajutorul datelor diagramelor termocinetice de forma celei din figura *1*, fie direct, considerînd că pe proba călită frontal pot fi determinate proporțiile constituienților structurali și durităților la


Proba de călire frontală
Distanța de la capătul călit pînă la zona semimartensitică, mm
Structura miezului
I Martensită
II 50% Martensită
50% Troostită
Răcire ideală α = ∞
5% NaCl în apă
5% NaOH în apă
Apă la 20°
Apă la 40°
Apă la 60°
Ulei mineral
Ulei mineral
Ulei mineral
Ulei mineral (limita superioară)
Ulei mineral (limita inferioară)
Grăsime animală (limita superioară)
Grăsime animală (limita inferioară)
Ulei vegetal (limita superioară)
Ulei vegetal (limita inferioară)
Aer
Viteza de răcire, grd/s
Temperatura de călire, °C
Cilindru L/D
Paralelipiped L/a
Sferă
Axa principală / a temperaturii
Dimensiunea (diametrul sferei sau cilindrului D și latura pătratului a), mm

diferite distanţe de la capătul răcit caracterizate prin valorile corespunzătoare ale parametrului λ (fig. 2). Trebuie remarcat că, la trasarea graficelor din figura 2 nu se iau în considerare diferenţele apreciabile care există între capacităţile de răcire ale mediilor de călire din grupa celor definite global prin „apă" şi „ulei" şi nici influenţa pe care o are asupra cineticii eliminării căldurii geometria corpului metalic şi în primul rînd

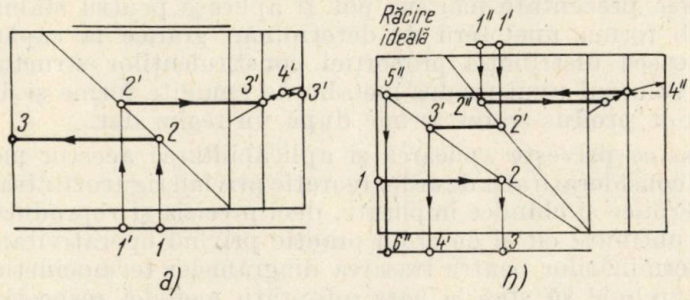


Fig. 7. — Modul de reprezentare grafică a algoritmului pentru determinarea gradientului de structuri în volumul unui produs metalic.

raportul dintre lungime şi grosime. În figura 6 este prezentat un grafic a cărui utilizare permite eliminarea acestor surse de erori contribuind la creşterea preciziei determinărilor.

În figura 7*a* şi 7*b* este prezentat un model de reprezentare grafică a algoritmului pentru determinarea gradientului de structuri în volumul unui produs metalic şi a valorilor diferitelor variabile cuprinse în figura 6;

— pentru determinarea vitezei de răcire în diferite medii a unor produse de diferite forme şi dimensiuni algoritmul corespunde traseului *1—2—3* (fig. 7*a*);

— pentru determinarea vitezei de răcire la călirea în diferite medii a unor produse de diferite dimensiuni încălzite pentru austenitizare la diferite temperaturi, algoritmul corespunde traseului *1'—2'—3'—4'—5'—* (fig. 7*a*);

— pentru determinarea dimensiunii maxime a unui produs de anumite forme care se căleşte pătruns, în funcţie de viteza critică de călire a oţelului şi de mediul de călire, algoritmul corespunde traseului *1—2—3* (fig. 7*b*);

— pentru determinarea dimensiunii maxime a unui produs de o anumită formă care se căleşte pătruns în funcţie de capacitatea de a se căli a oţelului (apreciată după datele probei de călire frontală) şi de mediul de călire, algoritmul corespunde traseului *1'—2'—3'—4'—* (fig. 7*b*);

Fig. 6. — Grafic pentru determinarea vitezei de răcire la călire şi adîncimii de pătrundere a călirii prin corelarea a şapte variabile; viteza de răcire, forma şi dimensiunile produsului metalic, temperatura de austenitizare, capacitatea de răcire a mediului, distanţa de la capătul răcit pînă la extremitatea zonei semimartensitică şi respectiv martensitică.

— pentru rezolvarea problemei anterioare cu luarea în considerare și a influenței temperaturii de încălzire pentru austenitizare algoritmul corespunde traseului *1''—2''—3''—4''—5''—6''—* (fig. *7b*).

3. Considerații privind condițiile și limitările aplicabilității algoritmului grafic

Metodele prezentate mai sus pot fi aplicate pentru stabilirea unui algoritm sub forma unei serii de determinări grafice la capătul căreia să se stabilească distribuția proporției constituienților structurali și ai durității în volumul unui produs metalic de anumite forme și dimensiuni într-un anumit produs tratat termic după un regim dat.

În ceea ce privește aplicarea și aplicabilitatea acestor metode pot fi formulate considerații atît de ordin teoretic privind rigurozitatea descrierii proceselor termice și chimice implicate, deci precizia și reproductibilitatea rezultatelor obținute cît și de ordin practic privind operativitatea și dificultatea determinărilor pentru trasarea diagramelor termocinetice. Aceste considerații trebuie să stea la baza adoptării metodei respective pentru caracterizarea cît mai completă și mai precisă a unui oțel care se tratează termic.

În ceea ce privește considerațiile de ordin teoretic se poate aprecia că progresele înregistrate prin aplicarea metodelor de calcul și experimentale ale fizicii solidului la studiul transformărilor în stare solidă, din materiale metalice au permis descrierea cineticii de transformare într-un mod care reflectă satisfăcător din punct de vedere calitativ și cantitativ desfășurarea proceselor.

Curbele cineticii transformării la răcire a austenitei subrăcite cît și cele de repartiție a vitezelor de răcire într-un corp metalic răcit în anumite condiții date, pot fi trasate ca reprezentări grafice ale unor funcții în a căror expresie matematică intră ca variabile independente timpul și temperatura iar ca variabile dependente proporția de austenită transformată, viteza de germinare, viteza de creștere și alți parametri cu ajutorul cărora se pot descrie aceste procese termice și chimice.

Asupra preciziei rezultatelor obținute pe cale grafică prin aplicarea metodelor descrise, influențează sensibil următorii factori :

— granulația austenitică ereditară ;

— variații ale concentrației carbonului și elementelor de aliere în limitele stabilite de standarde pentru diferite mărci de oțel ;

— variații ale naturii, cantității și distribuției incluziunilor nemetalice și de gaze ;

— condițiile de încălzire pentru austenitizare la ultimul tratament termic.

În ceea ce privește considerațiile de ordin practic privind operativitatea și dificultatea determinărilor necesare trasării diagramelor termocinetice, ele se referă în primul rînd la numărul mare de probe necesare cît și la aparatura complexă și scumpă care este necesară. Gradul de dificultate pe care-l implică trasarea curbelor termocinetice este reflectat și de numărul mic de asemenea diagrame publicate în literatura de specialitate.

Numărul total al acestor diagrame publicate pînă în prezent rămîne cu mult inferior numărului oţelurilor care se elaborează şi se prelucrează pe scară largă în ţările respective.

În ţara noastră preocupările în acest domeniu sînt în faza incipientă încît diagrame termocinetice au fost trasate şi publicate pentru un număr foarte mic de oţeluri.

Evident folosirea algoritmului grafic bazat pe datele diagramelor termocinetice nu poate constitui singura soluţie pentru caracterizarea complexă a oţelurilor utilizate în tehnică.

O astfel de cale nu poate fi folosită pentru abordarea problemei găsirii de noi mărci de oţeluri pentru noi domenii de utilizare care apar ca urmare a dezvoltării continue a tehnicii.

O altă explicaţie a numărului redus de diagrame termocinetice constă în influenţele sensibile ale parametrilor menţionaţi (condiţiile de austenitizare, granulaţie austenitică ereditară, variaţii ale compoziţiei chimice şi incluziunilor asupra poziţiei curbelor) şi implicit asupra preciziei rezultatelor obţinute prin aplicarea algoritmului respectiv. Folosirea unor diagrame termocinetice publicate în literatura de specialitate pentru caracterizarea unui oţel cu compoziţie chimică similară nu poate fi făcută fără rezerve. Înlăturarea acestor rezerve nu este posibilă decît pe baza unor verificări experimentale efectuate pe probe din oţelul care urmează a fi caracterizat.

B. ARGUMENTAREA PREMISELOR STABILIRII UNUI ALGORITM PENTRU DETERMINAREA GRADIENTULUI DE STRUCTURI ÎN SECŢIUNEA UNUI PRODUS METALIC TRATAT TERMIC

Premisa care stă la baza stabilirii algoritmului pe care-l propunem este cea potrivit căreia, în stadiul actual al cunoştinţelor teoretice şi al posibilităţilor de experimentare, caracterizarea unei şarje dintr-un anumit oţel este condiţionată de obţinerea unor date pe probe prelevate chiar din ea. Aceste probe trebuie prelevate şi prelucrate în condiţii prestabilite pentru a menţine constanţi anumiţi parametrii care determină ereditatea oţelului.

Primele date care urmează a fi obţinute cu ajutorul acestor probe sînt : compoziţia chimică şi granulaţia austenitică.

Cu ajutorul valorilor concentraţiilor elementelor însoţitoare şi de aliere şi al valorii punctajului austenitic efectiv, se calculează valorile durităţii corespunzînd anumitor distanţe de la capătul răcit al probei de călire frontală. Pentru calcul se foloseşte o relaţie parametrică stabilită prin metode ale analizei regresive multiple.

Pentru un număr de circa 150 şarje reprezentînd 12 mărci de oţel carbon şi mediu aliat de îmbunătăţire am stabilit o astfel de ecuaţie parametrică de forma :

$$Jd = 90\sqrt{c} - 0{,}041\, i^2\sqrt{c} + 6\,\mathrm{Si} + 12\,\mathrm{Mn} + 5{,}1\,\mathrm{Ni} +$$

$$+ 11\,\mathrm{Mo} + 10\,\mathrm{Cr} - 0{,}8\,\mathrm{K} - 8{,}2\sqrt{i} + 0{,}04\, i + 4\,\mathrm{HRC}$$

în care :

Jd este duritatea obținută pe proba Jominy între 6 mm și 60 mm ;

C, Si, Mn, Ni, Mo, Cr — conținutul procentual de elemente însoțitoare și de aliere din oțel ;

K — punctajul granulației austenitice

d — distanța de la capătul răcit al probei Jominy, în mm ; $i = \frac{d}{1,5}$ mm.

Formula este valabilă pentru conținuturi de carbon între 0,10% și 0,7%, crom (0—1,5%), mangan (0,20—1,5)%, molibden (0—0,5)%, nichel (0—1,5)%, siliciu (0—2)%.

Unind punctele ale căror coordonate au fost determinate astfel, se obține curba de călibilitate care poate fi verificată cu cea determinată experimental (fig. 8).

Valorile durității în diferite puncte ale curbei Jominy (calculate sau determinate experimental) pot fi utilizate în felul următor :

1. Pentru determinarea valorii vitezei critice de călire

Cunoscîndu-se duritatea în zona cu structura semimartensitică (fig. 9), se determină distanța de la capătul răcit pînă în punctul cu această structură. Cu ajutorul diagramei din figura 8 se stabilește distanța de la capătul răcit pînă la punctul cel mai îndepărtat în care structura este alcătuită numai din martensită. Cunoscînd această distanță se determină cu ajutorul diagramei din figura 10 viteza de răcire corespunzătoare lui și care este prin definiție viteza critică de călire.

În cazul oțelului examinat de noi (un oțel 41CN12 cu 0,37% C ; 0,68% Mn ; 0,23% Si ; 0,65% Cr ; 1,15% Ni ; 0,014% P și 0,011% S) ale căror curbe de călire — cea determinată experimental și cea calculată — sînt prezentate în figura 8, valoarea durității zonei semimartensitice este 43 HRC. Acestei valori îi corespunde o distanță de la capătul răcit de 16 mm și o distanță de 37 mm pînă la cel mai îndepărtat punct cu structură martensitică (din fig. 4*a*).

Viteza critică de călire determinată cu ajutorul diagramei din figura 10 este de 70°C/s valoare care corespunde celei determinate cu ajutorul graficului din figura 6 prin aplicarea algoritmului corespunzător traseului $1''—2''—3''$ din figura 7*b*.

2. Pentru determinarea diametrului critic real pentru diferite medii de răcire

Cunoscînd distanța de la capătul răcit pînă în punctul cu structura semimartensitică, cu ajutorul graficelor din figura 4 se poate determina valoarea diametrului critic real pentru răcirea în apă, respectiv în ulei. Așa cum am arătat, rezultate mai precise ținînd seama și de capacitatea de răcire a mediilor de călire, se pot obține cu ajutorul graficului din figura 6 aplicînd algoritmul corespunzător traseului $1'—2'—3'—4'$ (fig. 7*b*). În același mod se poate obține valoarea diametrului critic ideal corespunzător mediului de răcire caracterizat prin $\alpha = \infty$.

Pentru cazul oţelului examinat de noi valoarea diametrului critic real este de 62 mm la răcirea în apă şi de 43 mm la răcirea în ulei. Menţionăm că aceste valori au fost determinate pe probe cilindrice avînd diametrele de aceste valori, corespondente durităţilor găsite constituind verificarea metodei.

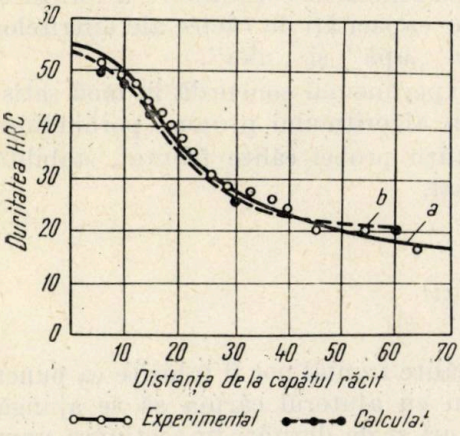


Fig. 8. — Curbele de călibilitate determinate experimental (*a*) şi prin calcul (*b*) la un oţel cu : 0,37% C, 0,68% Mn, 0,23% Si, 0,65% Cr, 1,15% Ni, 0,014% P şi 0,011% S.

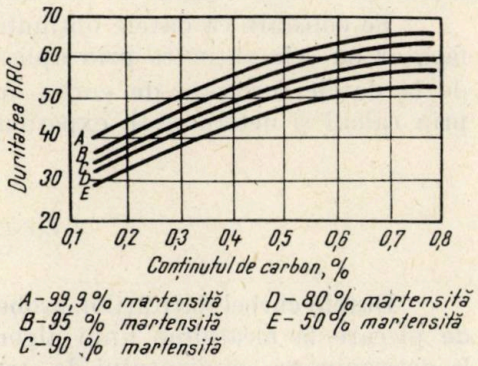


Fig. 9. — Influenţa conţinutului de carbon asupra durităţii unui oţel cu diverse proporţii de martensită.

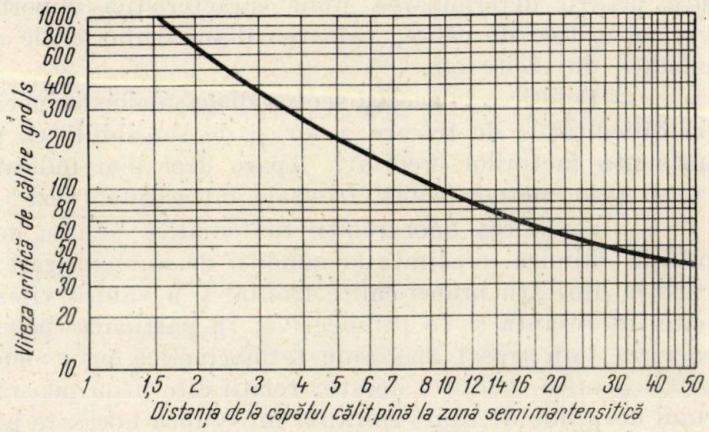


Fig. 10. — Nomogramă pentru determinarea vitezei critice de călire cu ajutorul rezultatelor obţinute cu ajutorul curbelor de călibilitate.

3. Pentru stabilirea gradientului de structură şi de durităţi în secţiunea unui corp metalic cilindric

Cu ajutorul graficelor din figura 4 se determină pentru fiecare punct situat la o anumită distanţă de la suprafaţa unui produs de o anumită grosime răcit în apă sau în ulei valoarea coeficientului răcirii λ şi valoarea

corespunzătoare distanței de la capătul răcit al probei de călire frontală, pînă în punctul de pe probă care se răcește cu aceeași viteză ca și punctul considerat. Duritatea corespunzătoare acestui punct, precum și structura respectivă pot fi atribuite punctului considerat din secțiunea produsului tratat termic.

Cu ajutorul graficului din figura 6 se pot corecta valorile corespunzătoare centrului din figura 4*a* și 4*b* cu luarea în considerare a formei și dimensiunilor produselor și a diferitelor capacități de răcire ale diferitelor medii de răcire incluse în denumirea „apă" și „ulei".

Se constată că datele obținute experimental concordă în mod satisfăcător cu cele obținute prin aplicarea algoritmului propus, pornindu-se de la datele furnizate de curba durității probei călite frontal, stabilită prin calcul și determinate experimental.

CONCLUZII

Datele curbei durităților probei călite frontal pot fi folosite ca punct de plecare la alcătuirea unui algoritm cu ajutorul căruia să se ajungă la determinarea gradientului de structuri și de durități în secțiunea unui produs metalic de anumite forme și dimensiuni austenitizat și călit în anumite condiții.

— Fiecare șarjă de oțel trebuie însoțită la livrare de o curbă a durității probei călite frontal, care este o caracteristică tehnologică a ei folosită pentru determinarea unor caracteristici importante ca : valoarea vitezei critice de călire, valoarea diametrului critic real pentru diferite condiții de răcire etc.

— Folosirea în același scop a diagramelor termocinetice este limitată de dificultățile de trasare a lor și de sensibilitatea poziției curbelor la influența factorilor ereditari. Apare deci mai indicată trasarea acestor curbe prin metoda călirii frontale întrerupte (vezi [7]).

— Stabilirea unor relații matematice pentru dependența de compoziția chimică, ereditate și condiții de austenitizare a punctelor de pe curbele durității probei călite frontal și a valorii vitezei critice de călire, pare interesantă și de perspectivă. În particular pentru oțelurile pentru care nu s-au trasat diagrame termocinetice prin metode magnetică sau metalografică, folosirea acestor relații este utilă pentru micșorarea numărului de probe de călire frontală întreruptă necesare pentru trasarea unor astfel de diagrame cinetice.

— Asemenea relații pot fi stabilite prin metode ale analizei regresive multiple folosind date existente în literatură. Aceste date trebuie considerate ca inițiale, valorile coeficienților termenilor trebuind precizate în funcție de influența „eredității" specifice condițiilor de lucru din întreprinderea respectivă.

BIBLIOGRAFIE

1. * * * Metall Progress, decembrie, *12*, 87 (1967).
2. K. H. Illgner, Metalloberfläche, noiembrie (1968).
3. * * * Metall Progress, februarie, *2*, 73 (1970).
4. St. Mantea, T. Dulămiță, *Teoria și practica tratamentelor termice*, Edit. tehnică, București, 1966.
5. E. Just, Metall Progress, noiembrie, *11* (1969).
6. N. Popescu, C. Dumitrescu, Comunicare la sesiunea de tratamente termice a CNIT, București, 1969.
7. R. F. Kern, Metall Progress, noiembrie, *11* (1968).

CERCETĂRI ROENTGENOSTRUCTURALE ASUPRA TRANSFORMĂRILOR CARE SE PRODUC LA CĂLIREA ȘI REVENIREA OȚELURILOR DE CONSTRUCȚII Cr-Ni-Mo

NICOLAE GERU, MIHAI URSACHE, DAN CHIRCĂ

Institutul politehnic, București

Sînt prezentate rezultatele cercetărilor obținute la studiul oțelului de construcție 34MoCN15 călit și revenit în diferite condiții, comparativ cu oțelul carbon ce prezintă un conținut în carbon apropiat.
Mărimea tensiunilor de ordinul doi a blocurilor în mozaic și a densității în dislocații determinate roentgenostructural, corelate cu mărimea durității permit să se tragă concluzii asupra temperaturii optime de austenitizare, asupra stabilității martensitei la revenire, deci, asupra influenței elementelor substructurale în durificarea și înmuierea acestui oțel în procesul de călire și revenire.

INTRODUCERE

Una dintre cele mai importante probleme care stau astăzi în fața cercetătorilor din domeniul științei materialelor, deci și al metalurgiei fizice, este obținerea de materiale cu caracteristici fizico-mecanice cît mai ridicate, îmbunătățirea proprietăților fizico-mecanice ale materialelor cunoscute.

Pînă nu de mult materiale cu mare rezistență se obțineau în principal prin deformare plastică la rece, călire martensitică urmată de revenire (la oțeluri), descompunerea soluțiilor solide suprasaturate etc. Astăzi se cunosc un mare număr de metode care permit să se obțină materiale cu proprietăți mecanice mult superioare celor obținute prin metodele clasice [1], [2], [3]; se știe de pildă că efecte mult mai puternice asupra proprietăților de rezistență se obțin prin efectuarea unor tratamente complexe care constau din asocierea metodelor clasice. Astfel prin patentare, tratament care constă în transformarea austenitei oțelurilor carbon în bainită superioară urmată de deformare plastică la rece se obțin rezistențe de rupere de 3,924 GN/m² (400 kgf/mm²)* iar prin tratamente termomecanice,

* Prin călirea izotermă a oțelurilor carbon cu conținut ridicat în carbon (0,9...1,2% C) urmată de trefilare se obțin sîrme cu rezistența de rupere de 3,924 GN/m² (400 kgf/mm²), iar prin călire izotermă și laminare la rece a oțelurilor carbon se obțin benzi cu rezistență de rupere de 2,943 GN/m² (300 kgf/mm²).

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 169–177, 1971

tratamente care constau în deformarea plastică a austenitei la temperaturi superioare tempertaturii de început de transformare martensitică, se obţin în cazul oţelurilor de construcţii rezistenţe la rupere pînă la 2,747 GN/m² (280 kgf/mm²) asociate cu tenacităţi relativ mari.

Cercetările au arătat că starea materialelor cu mare rezistenţă se caracterizează printr-o structură cu un mare grad de neomogenităţi submicroscopice, o mare dispersie a blocurilor în mozaic, puternice tensiuni de ordinul II şi III, o densitate în dislocaţii ridicată etc. [1]—[6]. În prezenta lucrare se urmăreşte obţinerea de date noi cu privire la influenţa elementelor substructurale în durificarea şi înmuierea oţelurilor de construcţii în procesul de călire şi revenire; autorii şi-au propus să studieze în cazul oţelului de construcţii 34MoCN15 atît influenţa elementelor de aliere cît şi a temperaturii de călire asupra dimensiunii blocurilor în mozaic, tensiunilor de ordinul II şi densităţii în dislocaţii; pentru comparare s-a studiat în paralel şi un oţel carbon cu 0,48%C.

MATERIALELE FOLOSITE ŞI METODELE DE CERCETARE

Experimentările au fost efectuate pe probe provenite dintr-o şarjă de oţel 34MoCN15 cu 0,34%C, 1,50% Cr şi 1,50% Ni; 0,2% Mo atît în cazul oţelului Cr-Ni-Mo cît şi al oţelului carbon, materialul a fost mai întîi forjat sub formă de bare cu diametrul de 15 mm, probele tăiate din aceste bare au fost omogenizate prin încălzire în argon la 900°C timp de 6 ore.

Probele astfel pregătite au fost călite şi revenite, încălzirile pentru călire şi revenire fiind efectuate în argon, durata de încălzire fiind atît la călire cît şi la revenire de o oră. În cazul probelor din oţel Cr-Ni-Mo au fost efectuate căliri în ulei de la 860°, 900° şi 960°C; la revenire au fost supuse numai probele călite de la 860°C, temperaturile de revenire fiind 220, 320, 400, 500, 550, 600, 650, 700 şi 750°C. Probele din oţel carbon au fost călite în apă; în acest caz au fost efectuate căliri numai de la 860°C, probele obţinute fiind supuse revenirii la 200, 320, 400 şi 500°C.

Încălzirea pentru călire s-a făcut într-un cuptor cu circulaţie de argon, care printr-un sistem de basculare permite aruncarea cu mare viteză a probelor în baia de răcire. Temperatura din cuptor a fost măsurată cu un termocuplu platin-platin-rhodiu cu o precizie de $\pm$ 5°C.

Probele au fost cercetate, atît după călire cît şi după revenire, roentgenostructural, microscopic şi durimetric. Prin analiza roentgenostructurală s-a determinat mărimea blocurilor în mozaic, a tensiunilor de ordinul II şi a densităţii în dislocaţii. Pentru determinarea acestor mărimi s-a folosit metoda aproximaţiei bazată pe legătura dintre lăţirea reală a liniei de interferenţă şi mărimea D a blocurilor în mozaic, respectiv mărimea $\frac{\Delta a}{a}$, a deformaţiilor de ordinul II [7], [8], [9]. La calcularea densităţii în dislocaţii ρ a fost folosită relaţia:

$$\rho = \frac{K}{4b^2} \frac{n^2}{\operatorname{tg}^2\theta}, \qquad (1)$$

unde : n este lățimea reală a liniei cauzată de microtensiuni ;
θ — unghiul de difracție ;
b — vectorul Burgers care pentru fierul α și γ este aproximativ egal cu $2{,}5 \cdot 10^{-8}$ cm ;
K — constanta aproximativ egală cu 15 ($K = 16$ pentru rețelele c.f.c. și cu 14,4 pentru rețelele c.v.c.).

Această relație, determinată de autori, are labază legătura stabilită de Williamson și Smallman între densitatea dislocațiilor ρ și lățimea ξ a domeniului pe care se distribue microdeformația [10] ; față de alte relații folosite în scopuri similare relația (1) prezintă avantajul unei mai mari precizii. Pentru fier și aliajele sale această relație devine

$$\rho = 6.10^{14} n_{220}^2 \text{ cm}^{-2}. \qquad (2)$$

Determinările s-au făcut după valoarea rapoartelor $\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}}$; pentru verificare s-au efectuat în paralel și unele determinări după mărimea rapoartelor $\frac{\beta_{211}}{\beta_{110}}$. Ca probă etalon pentru oțelul 34MoCN15 s-a folosit o probă din acest oțel încălzită în argon o oră la 1100°C și răcită la 650°C unde a fost menținută timp de 6 ore ; prin acest tratament în proba etalon s-a obținut o structură perlitică. Lățimile standard b_0 pentru liniile de interferență (110), (211) și (220) ale feritei din proba etalon sînt : $b_{0110} = 1{,}65.10^{-3}$ radiani ; $b_{0211} = 2{,}44.10^{-3}$ radiani și $b_{0220} = 4{,}06.10^{-3}$ radiani. Aceste lățimi nu diferă mult de ale unei probe etalon pregătită de autori din fier pur. Ca probă etalon pentru oțelul carbon s-a folosit o probă din acel oțel încălzită în argon o oră la 900°C și răcită foarte încet. Lățimile standard b_0 ale liniilor de difracție ale acestui etalon sînt : $b_{0110} = 1{,}8.10^{-3}$ radiani ; $b_{0211} = 2{,}14.10^{-3}$ radiani și $b_{0220} = 3{,}56.10^{-3}$ radiani.

Deoarece calculul erorilor arată că la determinarea blocurilor erorile cresc foarte mult cu creșterea raportului $\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}}$ ajungînd ca la rapoarte $\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}} > 5$ să depășească 20%, metoda aproximației nu poate fi aplicată la determinarea dimensiunilor blocurilor în mozaic cu rezultate satisfăcătoare decît în cazul oțelurilor revenite la temperaturi înalte pentru care $\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}} < 5$. Pentru oțelurile călite sau călite și revenite la temperaturi scăzute, raportul $\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}}$ tinzînd către valoarea maximă 6, determinări corecte prin metoda aproximației se pot face numai pentru tensiunile de ordinul II și pentru densitatea în dislocații.

Pentru acest motiv date cu privire la mărimea blocurilor în mozaic în oțelurile călite la martensită sau călite și revenite la temperaturi joase sînt foarte puține, exactitatea multora dintre ele fiind discutabilă deoarece ele au fost obținute prin metoda aproximației. Dintre determinările de dimensiuni de blocuri în martensită apreciate ca precise menționăm determinările lui Arbuzov [11], care eliminînd tensiunile de ordinul II prin depunere electrolitică a acelor de martensită a reușit să coboare

raportul $\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}}$ într-un domeniu de valori puțin afectat de erori. Din păcate însă metoda folosită de Arbuzov nu a putut fi aplicată decît în cazul oțelurilor carbon în stare călită, deoarece pînă în prezent nu s-a reușit depunerea electrolitică a martensitei din oțelurile carbon călite și revenite sau din oțelurile aliate călite sau călite și revenite.

Pentru a determina dimensiunile blocurilor în mozaic în oțelurile aliate călite sau călite și revenite la temperaturi joase autorii prezentei lucrări au studiat cu ajutorul metodei Fourier (analizei armonice) forma liniilor de interferență care, ca și lățimea lor, depinde de tensiunile de ordinul doi și de mărimea blocurilor de dispersie coerentă. Dimensiunea blocurilor în mozaic a fost determinată, în acest caz, prin reprezentarea grafică a variației coeficienților F_n ai seriei Fourier în funcție de numărul de ordine n al acestor termeni și determinarea intersecției dintre axa absciselor și tangenta dusă în punctul $n = 0$ la curba $F_n = f(n)$.

REZULTATELE OBȚINUTE

Duritatea, lățimea reală β a liniilor de interferență, dimensiunile blocurilor în mozaic, mărimea deformațiilor de ordinul II și densitatea în dislocații obținute la cercetarea oțelului 34MoCN15 sînt prezentate în tabela 1, iar pentru oțelul carbon în tabela 2.

Din tabela 2 se vede că blocurile de dispersie coerentă din cristalele de martensită obținute la călirea unui oțel carbon cu 0,48% C, determinate prin metoda analizei armonice, sînt egale cu $2{,}24 \cdot 10^{-6}$ cm. Acest rezultat concordă foarte bine cu rezultatele obținute de Arbuzov, care în cristalele de martensită separate electrolitic dintr-o probă de oțel carbon cu 1% C, călită de a 1100°C în apă + 10% NaOH, a găsit blocuri de mărimea $2{,}3 \cdot 10^{-6}$ cm [11].

Comparînd datele din tabelele 1 și 2 rezultă că în condiții identice de austenitizare, în oțelul crom-nichel-molibden se obțin blocuri mult mai mici decît cele obținute în oțelul carbon : în timp ce după călire de la 860°C în oțelul 34MoCN15 blocurile sînt de numai $1{,}23 \cdot 10^{-6}$ cm, în oțelul carbon ele ating mărimea de $2{,}24 \cdot 10^{-6}$ cm. Acest rezultat scoate în evidență un prim efect al nichelului și cromului asupra substructurii martensitei : dispersia blocurilor în mozaic în oțelul de construcții crom-nichel-molibden este mult mai înaintată decît în oțelul carbon. Acest efect este important din punct de vedere practic deoarece se știe că rezistența variază cu $D^{-1/2}$.

Mai departe, se constată că deformațiile de ordinul II și densitatea în dislocații sînt mai mari în oțelul cu 0,48% C călit la martensită de la 860°C decît în oțelul 34MoCN15 supus aceluiași tratament ; în timp ce în oțelul carbon $\frac{\Delta a}{a} = 4{,}63 \cdot 10^{-3}$, iar $\rho = 216 \cdot 10^{10}$ cm^{-2} în oțelul 34 MoCN15 $\frac{\Delta a}{a} = 2{,}85 \cdot 10^{-3}$, iar $\rho = 77 \cdot 10^{10}$ cm^{-2}. O diferență asemănătoare se constată și în valoarea durității : duritatea oțelului carbon cu 0,48% călit la martensită de la 860°C este de 61,80 HRC în timp ce duritatea oțelului

Tabela 1[1])

Numărul probei	Tratamentul termic aplicat	Duritatea		$\beta_{110} \times 10^3$ rad.	$\beta_{211} \times 10^3$ rad.	$\beta_{220} \times 10^3$ rad	$\frac{\beta_{211}}{\beta_{110}}$	$\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}}$	$D \times 10^6$ cm	$\frac{\Delta a}{a} \cdot 10^3$	$\rho \times 10^{-10}$ cm^{-2}
		HRC	HB								
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Proba 1 (valoare medie pe 9 probe)	Încălzită în argon o oră la 860°C călită în ulei	55,80	—	6,09	16,90	35,8	2,68	5,90	1,23**	2,85**	77
Proba 2 (valoare medie pe 4 probe)	Încălzită în argon o oră la 900°C călită în ulei	58,20	—	6,95	18,6	41,6	2,67	6	1,15**	3,28	105
Proba 3 (valoare medie pe 4 probe)	Încălzită în argon la 960°C călită în ulei	56	—	5,25	13,4	31,3	2,55	5,95	3,69**	2,47	59
1.1	Încălzită în argon o oră la 860°C călit în ulei, revenit o oră la 220°C	50,40	520	5,80	—	34,0	—	5,85	—	2,7	70
1.2.	Încălzit în argon o oră la 860°C călit în ulei, revenit o oră la 320°C	47,55	489	5,18	13,9	30,2	2,69	5,82	—	2,4	55
1.3.	Încălzit o oră în argon la 860°C călit în ulei, revenit o oră la 400°C	45,80	449	4,20	11,10	23,8	2,65	5,70	—	1,83	32
1.4.	Încălzit o oră în argon la 860°C călit în ulei, revenit o oră la 500°C	43	390	3,02	7,9	17,1	2,62	5,66	—	1,82* 1,32	16,6
1.5.	Încălzit o oră în argon la 860°C călit în ulei, revenit o oră la 550°C	41	350	2,38	6,15	13,02	2,58	5,45	—	1,24* 1	9,6
1.6.	Încălzit o oră în argon la 860°C călit în ulei revenit o oră la 600°C	39,8	304	2,12	4,8	8,6	2,26	4,05	13,3	0,48	2,24
1.7.	Încălzit o oră în argon la 860°C călit în ulei, revenit o oră la 650°C	33,6	296	1,64	3,18	5,79	1,94	3,53	14,9	0,50* 0,22	0,465
1.8.	Încălzit o oră în argon la 860°C călit în ulei, revenit o oră la 700°C	29,6	265	1,53	2,6	5,55	1,7	3,62	16,0	0,21	0,420
1.9.	Încălzit o oră în argon la 860°C călit în ulei, revenit o oră la 750°C	23,4	220	1,36	2,2	5,02	1,89	3,65	17,8	0,199	0,375

[1]) Valorile din acest tabel sînt determinate prin metoda aproximației după raportul $\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}}$. În tabel sînt date însă pentru confruntare, și unele valori notate cu *, determinate după raportul $\frac{\beta_{211}}{\beta_{110}}$ precum și dimensiunile blocurilor, notate cu **, determinate prin analiza aromonică.

Tabela 2[1])

Numărul probei	Tratamentul termic aplicat	Duritatea HRC	Duritatea HB	$\beta_{110} \times 10^3$ rad.	$\beta_{220} \times 10^3$ rad.	$\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}}$	$D \times 10^6$ cm	$\frac{\Delta a}{a} \times 10^3$	$\rho \times 10^{-10}$ cm^{-2}
Proba 1 (valoare medie pe 4 probe)	Încălzită în argon o oră la 860°C și călită în apă	61,8	—	10,81	61,5	5,68	2,24**	4,63	216
1.1.	Încălzită în argon o oră la 860°C călită în apă și revenită o oră la 200°C	51,0	525	6,3	34,6	5,5	—	2,68	70
1.2.	Încălzită în argon o oră la 860°C călită în apă și revenită o oră la 320°C	50,3	510	4,6	24,8	5,37	6,36**	2	38,5
1.3.	Încălzită în argon o oră la 860°C călită în apă, revenită o oră la 400°C	44,8	421	3,45	17,9	5,2	15,2	1,32	17,5
1.4.	Încălzită în argon o oră la 860°C, călită în apă, revenită o oră la 500°C	35,1	301	1,58	7,7	4,9	22	0,55	2,94

[1]) Valorile din acest tabel sînt determinate prin metoda aproximației după raportul $\frac{\beta_{220}}{\beta_{110}}$. În tabel sînt date și dimensiunile blocurilor notate cu **, determinate prin analiza armonică.

34MoCN15 călit tot de la 860°C este de 55,80 HRC. Duritatea, tensiunile de ordinul doi și densitățile în dislocații mai mici din oțelul 34MoCN15 sînt determinate în primul rînd de austenita reziduală prezentă în acest oțel, în al doilea rînd de conținutul în carbon mai mic decît al oțelului carbon și în al treilea rînd de faptul că, așa cum rezultă din prezenta lucrare, este foarte probabil ca prin austenitizarea la 860°C a oțelului 34MoCN15 nu are loc o dizolvare completă a carburilor, deci austenita conține mai puțin carbon și crom nefiind suficient de omogenă.

Temperatura de austenitizare exercită o influență însemnată asupra durității dimensiunii blocurilor în mozaic, deformațiilor de ordinul doi și densității în dislocații. Din tabela 1 se vede că la creșterea temperaturii de austenitizare de la 860°C la 900°C, duritatea crește de la 55,80 HRC la 58,20 HRC, deformația $\frac{\Delta a}{a}$ de la $2{,}85.10^{-3}$ la $3{,}28.10^{-3}$, densitatea în dislocații de la 77.10^{10} cm^{-2} la 105.10^{10} cm^{-2}, iar blocurilor în mozaic scad de la $1{,}23.10^{-6}$ cm la $1{,}15.10^{-6}$ cm. Autorii consideră această comportare ca o dovadă că încălzirea pentru călire la 900°C are ca efect o dizolvare mai înaintată a carburilor în austenită ceea ce duce la creșterea conținutului în crom, molibden și carbon în martensită și la o mai bună omogenizare a austenitei. La creșterea temperaturii de austenitizare la 960°C se constată că martensita obținută prin călire are o duritate mai mică, egală cu 56 HRC, aproximativ egală cu cea a oțelului călit de la 860°C. În același timp se micșorează deformația $\frac{\Delta a}{a}$ pînă la $2{,}47.10^{-3}$ și densitatea în dislocații ρ la 59.10^{10} cm^{-2}, iar blocurile în mozaic cresc la $3{,}69.10^{-6}$ cm. Micșorarea durității, a deformațiilor de ordinul II și densității în dislocații, precum și creșterea domeniilor de dispersie coerentă la creșterea temperaturii de austenitizare la 960°C sînt determinate de supraîncălzirea oțelului.

Din datele prezentate cu privire la influența temperaturii de austenitizare asupra durității și elementelor de structură menționate, rezultă că proprietăți mai bune la călirea oțelului 34MoCN15 se obțin dacă temperatura de austenitizare este mai mare cu circa 30°C față de cea folosită în mod curent la călirea acestui oțel (860°C).

Din tabelele 1 și 2 rezultă și o diferență foarte mare în comportarea la revenire a celor două oțeluri cercetate : în timp ce martensita în oțelul 34MoCN15 este stabilă pînă la temperaturi relativ înalte, martensita în oțelul cu 0,48% C este mult mai puțin stabilă. Se vede că în timp ce la oțelul Cr-Ni-Mo prin revenire la 750°C blocurile în mozaic ating $17{,}8.10^{-6}$cm, iar densitatea în dislocații și deformațiile $\frac{\Delta a}{a}$ scad lent, la oțelul carbon blocurile în mozaic cresc foarte mult (la reveniri la 320°C ele ating deja $6{,}36.10^{-6}$ cm la 500°C atingînd 22.10^{-6} cm, iar densitatea în dislocații și deformațiile de ordinul II scad brusc : prin revenire la 320°C densitatea în dislocații la oțelul carbon scade de la 216.10^{10} cm^{-2} la $38{,}5.10^{10}$ cm^{-2}, iar $\frac{\Delta a}{a}$ scade de $4{,}63.10^{-3}$ la 2.10^{-3}.

CONCLUZII

Datele experimentale obținute la cercetarea transformărilor care au loc la călirea și revenirea oțelurilor de construcții crom-nichel-molibden scot în evidență că nichelul, cromul și molibdenul prezente în aceste oțeluri manifestă o influență puternică asupra durității, tensiunilor de ordinul II, densității în dislocații și blocurilor în mozaic.

Se arată că în oțelurile de construcții crom-nichel-molibden călite la martensită de la 860°C blocurile în mozaic sînt de 1,23. 10^{-6} cm în timp ce în oțelurile carbon, cu conținut în carbon apropiat, blocurile sînt aproape de două ori mai mari. Duritatea, deformațiile de ordinul doi și densitățile în dislocații sînt mult mai mari în oțelul carbon, ceea ce se explică în primul rînd prin prezența austenitei reziduale în oțelurile Cr-Ni-Mo călite.

Temperatura de austenitizare influențează sensibil duritatea, deformațiile de ordinul doi, densitatea în dislocații și dimensiunile de blocuri. Se arată că la creșterea temperaturii de austenitizare de la 860 la 900°C, ca urmare a dizolvării mai complete a carburilor în austenită, duritatea, deformațiile de ordinul doi, și densitățile în dislocații cresc iar blocurile în mozaic scad. La temperaturi de austenitizare mai mari de 900°C, ca urmare a supraîncălzirii, se obțin durități, deformații de ordinul doi și densități în dislocații din ce în ce mai mici și blocuri în mozaic din ce în ce mai mari.

În sfîrșit se constată că martensita din oțelurile crom-nichel-molibden este mai stabilă la revenire decît martensita din oțelurile carbon: în timp ce în oțelurile de construcții crom-nichel-molibden blocurile în mozaic cresc relativ puțin cu temperatura de revenire, iar deformațiile de ordinul doi și densitățile în dislocați scad lent, în oțelurile carbon, blocurile în mozaic cresc foarte repede, iar deformațiile de ordinul doi și densitățile în dislocații scad brusc.

BIBLIOGRAFIE

1. G. V. KURDIUMOV, *O prirode tverdoste zakalennoi stali. Problemî Metallovedeniia i Fiziki Metallov*, Metallurghizdat, Moskva, 1955, 321.
2. G. V. KURDIUMOV, V. A. ILINA, V. K. KRIȚKAIA, L. I. LÎSAK, *Roentgenograficeskoe isledovania iskajenîi i sil sviiazi v kristalliceskoi reșetke metallov i splavov. Problemî Metallovedeniia i Fiziki Metallovedeniia i Fiziki Metallov*, Metallurghizdat, Moskva, 1955, 339.
3. M. D. PERKAS, *Povișenie procinosti martensita splavov na osnove sistemî jelezonikeli pri nagreve. Problemî Metallovedeniia i Fiziki Metallov*, Moskva, Metallurghia, Moskva 28 (1964).
4. G. V. KURDIUMOV, *Uprocinennoe sostoianie metallov. Problemî. Metallovedeniia i Fiziki Metallov*, Metallurghia, Moskva, 7 (1964).
5. P. M. KELLY, J. NUTTING, *Mehanizmî uprocineniia stali, Visocokoprocinaia stali*. Metallurghia, Moskva, 24 (1965).

6. N. GERU, M. URSACHE, D. CHIRCĂ, *Analiza transformărilor structurale care se produc la răcirea fierului de puritate tehnică încălzit la temperaturi ridicate*, Metalurgia, 5 (1971).
7. N. GERU, *Metode pentru studiul defectelor rețelei cristaline*, Metalurgia, 2, 128 (1969).
8. L. I. LÎSAK, *Opredelenie istinnoi sirini roentgenolskih interferentionth linii c primeneniem standartnovo obrazta*, Voprosî Fiziki Metallov i Metallovedenia, Kiev, 1965, 40.
9. * * * *Opredelenie napriiajenii II roda (mikronapricajenii) i rezmera blokov (Oblastei koerentnovo rasseiantia)* Rentgenografia V Fiziceskom Metallovedenii, Metallurghizdat, Moskva 1961, 169.
10. V. C. WILLIAMSON, E. R. SMALLMAN, Phil Mag., 1, 34 (1956).
11. M. P. ARBUZOV, *Kinetika i mehanizm raspada martensita*, Voprosî Fiziki Metallov i Metallovedeniia, Kiev, 1955, 3.

INFLUENȚA DEFORMĂRII PLASTICE LA RECE A MARTENSITEI DINTR-UN OȚEL CU 12% CROM ASUPRA MECANISMULUI TRANSFORMĂRILOR LA REVENIRE*

HILDA HUBERT
Institutul politehnic, București

Prin metoda microscopiei electronice și a analizei roentgenografice, lucrarea își propune să studieze particularitățile procesului de descompunere a martensitei deformate la rece (cu 5—24% reducere), în cursul încălzirilor ulterioare la revenire în diferite condiții de temperatură (100—670°C) și menținere (între 3—100 h), comparativ cu o stare convențională (nedeformată în stare martensitică), în cazul unui oțel inoxidabil aliat cu 12% Cr și 0,1% C (marca 12 C130). Pe baza corelării observațiilor microstructurale directe pe replici de extracție privind natura, cantitatea, forma, mărimea și distribuția fazelor de precipitare din diferite etape de revenire, cu determinările elementelor de substructură ce caracterizează comportarea matricei feritice la revenire, se fac presupuneri legate de mecanismele de interacțiune precipitat-dislocații ce acționează cu precădere în diferite perioade, explicînd științific durificarea importantă realizată prin aplicarea deformării martensitei și creșterea stabilității la revenire a oțelului cu 12% Cr și 0,1% C pînă la 600°C.

Problema tratamentului termomecanic ca un mijloc deosebit de avantajos de creștere a nivelului de rezistență a metalelor continuă să rețină atenția cercetătorilor din toate țările [1], atît sub aspect practic în legătură cu extinderea aplicării lui și la alte oțeluri și a optimizării parametrilor tehnologici ai procesului, cît și ca interes științific în vederea elucidării mecanismului și factorilor structurali ce determină durificarea intensă a diferitelor categorii de oțeluri.

Ca o variantă interesantă a tratamentului termomecanic — care asociază într-o schemă continuă operațiile de deformare plastică și tratament termic în scopul conservării stării structurale specifice ecruisării și în structura finală chiar după transformări de fază — în ultimul timp s-a experimentat cu succes și tratamentul cunoscut în literatura americană [2] sub denumirea de „marforming" sau „marstraining". În acest

*) Lucrarea reprezintă un extras din lucrarea de doctorat elaborată sub conducerea prof. ing. S. Gâdea și a fost comunicată la sesiunea de comunicări cu prilejul aniversării a 50 de ani de învățămînt metalurgic superior în România.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 179 — 192 , 1971

caz deformarea plastică se face în stare martensitică, respectiv după călirea oţelului, efectul total de durificare realizat fiind atribuit atît ecruisării propriu-zise, cît mai ales implicaţiilor sale favorabile asupra transformărilor ulterioare la revenire [1], [3] — [6].

Pornind de la considerentele teoretice care stau la baza explicării mecanismului durificării importante realizate prin descompunerea soluţiilor solide suprasaturate sub efectul deformărilor plastice prealabile, se preconizează că şi în cazul revenirii martensitei deformate vor interveni modificări importante în ceea ce priveşte mecanismul şi cinetica proceselor de precipitare.

Într-o lucrare precedentă [7] s-au analizat şi prezentat concret modificările structurale efective care apar în structura unui oţel martensitic cu 12% Cr şi 0,1% C deformat la rece în stare călită cu reduceri între 5—24%. Acestea constau, pe de o parte în modificări legate direct de efectele ecruisării mecanice — distorsionarea şi fragmentarea intensă a lamelelor de martensită în subgrăunţi şi blocuri în mozaic, prezenţa planelor de alunecare, creşterea tensiunilor de ordinul II şi a densităţii de dislocaţii — şi, pe de altă parte, în cele legate de creşterea instabilităţii termodinamice a martensitei sub influenţa energiei de deformare acumulate, care implică descompunerea ei prematură chiar în cursul deformării (fenomenul de îmbătrînire la deformare). Gradul de dispersie şi cantitatea carburilor separate era în dependenţă directă cu reducerea aplicată.

Prin urmare, se consideră că şi în acest caz există toate condiţiile energetice necesare pentru a se influenţa substanţial desfăşurarea transformărilor ulterioare la revenire, atît în ceea ce priveşte procesele de precipitare — prin existenţa unui număr mare de germeni de cristalizare şi a unor procese de difuzie accelerată, — cît şi cele legate de substructura matricei (tendinţa de restaurare — recristalizare). Sînt de aşteptat în consecinţă unele particularităţi şi abateri faţă de comportarea la revenire a aceluiaşi oţel călit clasic, fie în sensul realizării unei durificări suplimentare (avînd în vedere creşterea dispersiei fazelor de carburi), fie al unei înmuieri accelerate (avînd în vedere creşterea instabilităţii matricei).

Întrucît proprietăţile finale ale oţelului cu 12% Cr şi 0,1% C supus „marforming" vor depinde nemijlocit de sensul efectului deformării plastice asupra acestor doi factori structurali, dar cel mai mult de rezultanta interacţiunii lor reciproce, apare ca deosebit de importantă cunoaşterea exactă calitativă şi cantitativă a tuturor modificărilor structurale care intervin în diferite etape de revenire, comparativ cu oţelul călit clasic pe de o parte, şi între oţelurile deformate cu diferite grade de reducere, pe de altă parte. De aceea lucrarea de faţă şi-a propus să studieze în continuare şi modificările care au loc la revenirea oţelului cu 12% Cr ecruisat în stare martensitică cu 5, 8, 14 şi 24% reducere. Trebuie menţionat că comportarea la revenire a martensitei ecruisate a fost deja studiată din punctul de vedere al proprietăţilor mecanice chiar pe oţeluri similare, constatîndu-se efectul unei durificări suplimentare, stabile pînă la 500°C, de asemenea extinderea vîrfului de durificare secundară pe un domeniu mai larg de temperaturi de revenire [8] — [10], însă fără verificarea experimentală şi precizarea cauzelor şi naturii acestor

modificări de comportare. Se fac numai presupuneri bazate pe considerentele teoretice privind influența deformării plastice asupra descompunerii soluțiilor solide suprasaturate, indicîndu-se în mod expres necesitatea efectuării unor analize structurale amănunțite [9] — [11].

Menționăm că transformările la revenirea oțelului cu 12% Cr și 0,1% C au fost detaliat studiate de Irvine, Heuser, și alții [12] — [14], astfel încît majoritatea problemelor legate de succesiunea transformărilor, natura fazelor separate, compoziția și domeniul lor de existență, mecanismul formării lor din cementita aliată, chiar și unele aspecte legate de structura fină a matricei în cursul revenirii au fost în general lămurite și puse de acord. Ele au fost reluate și evidențiate din nou în această lucrare pentru starea călită clasic, numai pentru a avea un criteriu de comparație calitativ și pentru aspectele modificate care apar în urma aplicării deformărilor plastice prealabile aceluiași oțel. Reproducerea lor destul de fidelă pe baza utilizării tehnicii replicilor de extracție a confirmat exactitatea metodicii utilizate.

CONDIȚII EXPERIMENTALE

Oțelul cu 0,1% C și 11,8% Cr studiat s-a elaborat într-un cuptor cu inducție de 50 kg, fiind apoi forjat și laminat consecutiv pînă la benzi — priză cu grosimi de 5 mm. După recoacere timp de 8 ore la 800°C într-un recipient cu șpan de magneziu, urmată de răcire dirijată (cu 100°C/h) pînă la 400°C, apoi o dată cu cuptorul, benzile au fost călite în ulei de la 1 000°C, apoi răcite suplimentar la —70°C și laminate la rece cu 5, 8, 14 și 24% reducere. Din benzile deformate, inclusiv altele în stare călită (tratament convențional) s-au debitat probe care au fost revenite timp de 3 ore la 100, 200, 300, 400, 450, 500, 600 și 670°C, iar la 500 și 600°C și timp de 25 și 100 ore. S-au măsurat durităților Vickers pentru o sarcină de 30 kg, s-au efectuat analize metalografice, optice și electronice la microscoape electronice de tip Tesla BS42 și Jem 7A, și analiză difractometrică la o instalație URS 50I. Replicile de extracție s-au pregătit după o tehnică perfecționată [15], care a permis extragerea avansată a carburilor, indiferent de dimensiuni, exact în pozițiile ocupate în probă, reducînd astfel la maxim eroarea posibilă prin utilizarea acestei metode. Pentru unele etape de revenire, cu ajutorul replicilor de extracție a fost posibilă chiar relevarea unor aspecte de substructură (limite și sublimite) prin conturarea lor indirectă de către precipitatele fine separate pe ele. Aprecierea efectelor deformării plastice asupra substructurii s-a efectuat global pe baza lățirii liniilor de difracție (110), care caracterizează mai ales variația dimensiunilor blocurilor în mozaic, și (211) care caracterizează variația tensiunilor de ordinul II, calculate după metodica din lucrările [16], [17].

CERCETĂRI EXPERIMENTALE

Comportarea la revenire a oțelului cu 12% Cr este sugestiv redată de curbele de revenire, respectiv a variației durității în funcție de temperatura de revenire, întrucît ea este în strînsă concordanță cu modifică-

rile de structură care intervin pe parcursul revenirii în privința fazelor de carburi și a matricei feritice.

Astfel, pentru oțelul cu 12% Cr călit clasic, curba 1 din figura 1 relevă chiar mecanismul transformărilor și anume:

— la reveniri foarte joase (cca 100°C), corespunzător efectului de durificare ușoară, are loc precipitarea intensă de carburi disperse coerente

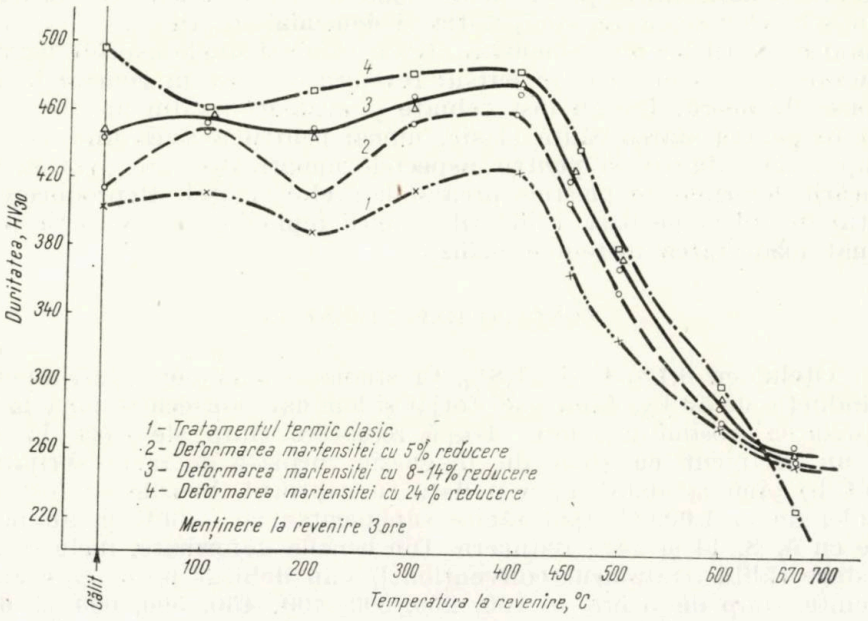


Fig. 1. — Curbele de revenire ale oțelului cu 12% Cr călit clasic (*1*) și deformat la rece cu diferite grade de reducere după călire (*2*, *3*, *4*).

de tip ε, care contracarează efectul de înmuiere ca urmare a scăderii tetragonalității martensitei;

— între 100—300°C, corespunzător efectului de înmuiere, are loc procesul de separare și creștere treptată a particulelor de cementită aliată cu crom (M_3C);

— între 300—450°C are loc procesul de durificare secundară — corespunzător maximumului de pe curba de revenire — ce constă în apariția carburilor aliate cu crom de tip M_7C_3 și M_2X, concomitent cu redizolvarea cementitei; faptul că acest maxim este atribuit precipitării carburilor aliate și nu transformării austenitei reziduale, așa cum s-ar putea presupune, a fost stabilit și confirmat în nenumărate lucrări [12] — — [14], precizîndu-se de altfel și temperaturile la care ar avea loc această transformare, și anume la 530—600°C, cînd numai poate apare o durificare sensibilă. În experimentările de față, deși oțelul are punctul M_f ridicat (cca. 200°C), pentru a elimina probabilitatea producerii unei astfel de transformări, imediat după călire s-a efectuat o răcire suplimentară la — 70°C într-un amestec refrigerent;

— între 400—670°C se desfășoară procesul de supraîmbătrînire, respectiv de creștere și globulizare a carburilor aliate separate anterior.

concomitent cu apariția carburii de echilibru $M_{23}C_6$ cu tendință mare de coalescență, și intensificarea proceselor de restaurare a matricei.

Pentru a putea caracteriza și interpreta global influența deformării plastice prealabile asupra cineticii transformărilor la revenire, respectiv asupra stabilității la revenire, se consideră că aceasta poate fi urmărită și apreciată indirect prin mărimea absolută a durităților obținute, gradul de descompunere al martensitei atins în unele etape, viteza cu care se desfășoară transformarea, prin stabilitatea termodinamică și dimensională a carburilor formate, precum și prin tendința de restaurare — recristalizare a matricei în aceleași intervale de temperaturi și durate de menținere, comparativ între oțelul deformat și cel călit clasic.

După aplicarea variantelor de tratamente termomecanice prezentate, cum era de așteptat, pe curbele de revenire apar o serie de abateri care arată o modificare a comportării la revenire pentru aceleași intervale. Astfel, curbele de revenire ale oțelului cu 12% Cr și 0,1% C supus deformării la rece (fig. 1) în stare martensitică cu 5% (curba 2), între 8—14% (curba 3) și cu 24% reducere (curba 4), precum și diagramele din fig. 2, deși arată menținerea aceleași succesiuni a etapelor de transformare la revenire, prezintă următoarele particularități:

— prezența unui decalaj pozitiv de 60—80 unități HV pînă la 500°C în favoarea stărilor deformate;

— o tendință de aplatisare a vîrfului de durificare secundară, care se extinde pe un domeniu cu atît mai larg de temperaturi (între 100 și 450°C) cu cît gradul de deformare crește;

— la temperaturi joase de revenire (100—150°C) se observă o comportare ușor contradictorie (unele curbe cresc altele coboară), determinată probabil de gradul diferit de descompunere al martensitei atins la deformare în funcție de reducerea aplicată, cînd se produce fie o precipitare mai completă și duritatea crește (curbele 2 și 3), fie o redizolvare a carburilor fine — reversiune — și duritatea scade (curba 4);

— la reveniri la temperaturi ridicate (600—670°C), ca urmare a proceselor mai intense de recristalizare a masei feritice și a tendinței de creștere excesivă a carburilor aliate, fenomene cu atît mai avansate cu cît gradul de deformare a fost mai mare, are loc o scădere rapidă a durității chiar sub valoarea celei corespunzătoare stării neecruisate.

Deci, din punctul de vedere al efectului „marforming" asupra creșterii stabilității la revenire, manifestat prin valorile mai ridicate ale durității și extinderea lor pe un domeniu mai larg de temperaturi de revenire (fig. 1, 2), acesta este considerat favorabil pînă la 600°C. Din diagrama din figura 3 trasată în coordonate duritate-parametru de revenire $T\ (20 + \log \tau)\ 10^{-3}$ pentru intervalul 450—670°C, se constată descreșterea continuă a efectului pozitiv al deformării asupra creșterii durității, pînă spre sfîrșitul intervalului cînd se anulează. Rezultă deci o limitare a aplicabilității acestei metode de durificare prin deformarea martensitei, numai în cazul cînd oțelul cu 12% Cr și 0,1% C este utilizat după reveniri sub 600°C.

Știind că în esență transformările la revenire se referă la formarea fazelor de carburi și la procesele de restaurare — recristalizare a matricei, acestea vor fi și procesele care vor putea fi afectate de aplicarea deformării plastice prealabile, deci se vor analiza separat. De asemenea

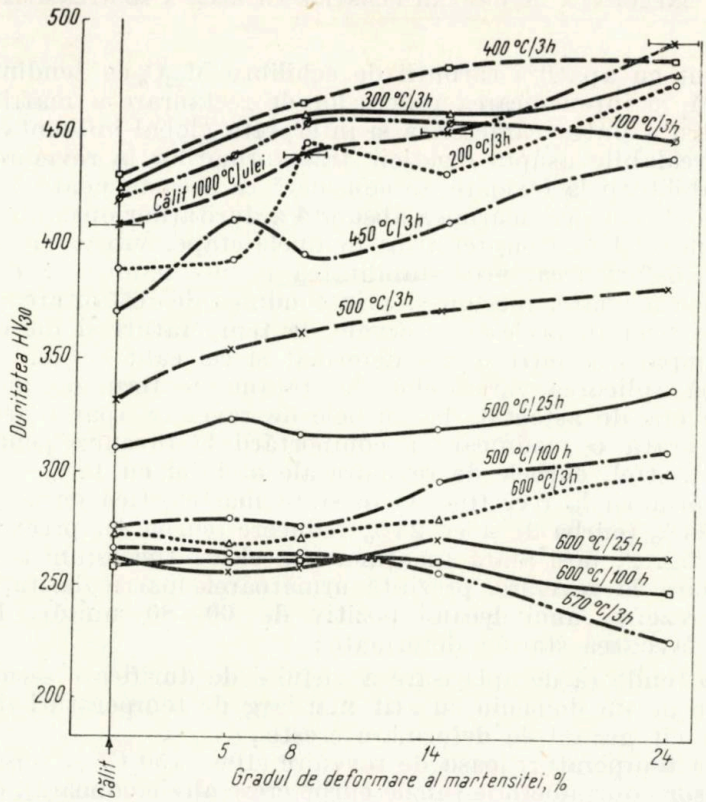


Fig. 2. — Variația durității oțelului cu 12% Cr în funcție de gradul de reducere aplicat la deformarea la rece a martensitei, temperatura și duratele de menținere la revenire.

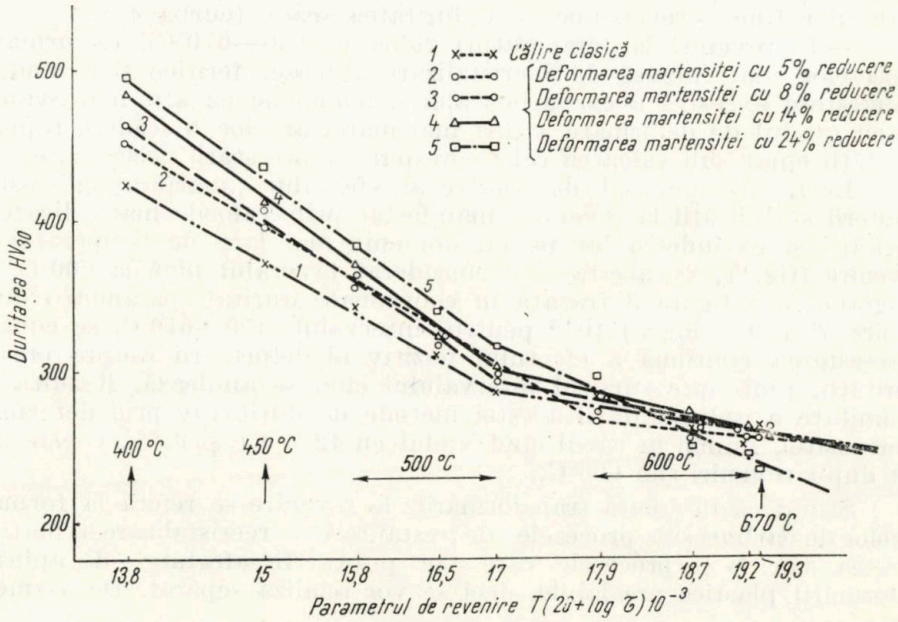


Fig. 3. — Variația durității oțelului cu 12% Cr în funcție de parametrul de revenire $T(20+\log\tau)\,10^{-3}$. (T — temperatura, °K, τ — durata de menținere, ore).

pentru a explica științific cauzele creșterii stabilității la revenire constatate anterior, acești factori structurali se vor analiza și din punct de vedere al stabilității lor termice, dar și al stabilizării lor reciproce ca urmare a interacțiunii ce intervine între ele.

INFLUENȚA DEFORMĂRII PLASTICE ASUPRA STRUCTURII FINE A MATRICEI

Starea de ecruisare fazică care însoțește transformarea martensitică e echivalentă cu cea realizată prin deformare la rece (ecruisare mecanică), fiind caracterizată de prezența tensiunilor de ordinul II, fragmentarea și dezorientarea blocurilor în mozaic, care creează o stare de neechilibru [18]. La încălziri ulterioare la revenire, această stare se menține pînă la temperaturile la care încep procesele de restaurare (pentru oțelurile cu crom $\sim$ 500°C), care constau în esență în micșorarea deformării rețelei cristaline prin reducerea tensiunilor de ordinul II și modificarea dimensiunilor blocurilor în mozaic. La temperaturi de revenire mai ridicate ($\sim$ 600°C), se produc procese de recristalizare în situ, care implică o înmuiere accentuată determinată de creșterea subgrăunților, printr-un proces de înglobare a celor mici de către cei mai, fără a-și modifica orientarea.

În cazul aplicării marforming, peste starea de ecruisare fazică se suprapune un efect suplimentar de ecruisare mecanică care va determina o instabilitate mult mai mare din punct de vedere termodinamic, deci va grăbi producerea fenomenelor de restaurare și chiar de recristalizare în cursul încălzirilor ulterioare. Astfel, în funcție de temperatura și durata de revenire, de gradul de deformare aplicat și structura fazică a materialului inițial, procesul de revenire spre echilibru al martensitei ecruisate se poate desfășura *parțial* — prin restaurare (înlăturarea tensiunilor de ordinul II), poligonizare (reordonarea dislocațiilor din aglomerări prin difuzie) sau recristalizare în situ (creșterea subgrăunților) — sau *total* prin recristalizare — cu formarea unei noi generații de cristale nedeformate. În unele condiții, spre deosebire de starea clasică, se poate produce și poligonizarea matricei care mărește stabilitatea la revenire. Aceste transformări ale matricei se suprapun peste procesele de separare de carburi pe care le influențează sau de care vor fi influențate la rîndul lor. Astfel, creșterea densității de dislocații va influența procesele de precipitare la revenire, dar acestea la rîndul lor, pentru o dispersie anumită a particulelor, pot juca un rol de stabilizare temporară a configurației dislocațiilor, prin blocarea lor pînă cînd, datorită coalescenței carburilor acest rol încetează și recristalizarea matricei se dezvoltă chiar mai rapid.

Deci, pentru stările deformate sînt de așteptat variații mai complexe ale elementelor de substructură în funcție de temperatura de revenire, relevate de curbele 2 și 3 din figura 4, care, spre deosebire de starea clasică (curbele 1), prezintă o serie de anomalii determinate de aceste interacțiuni. Ele vor fi explicate concomitent cu observațiile microstructurale efectuate asupra fazelor de carburi.

INFLUENȚA DEFORMĂRII PLASTICE ASUPRA MECANISMULUI PRECIPITĂRII FAZELOR DE CARBURI LA REVENIRE

Din cele arătate anterior rezultă că fazele de carburi care vor fi prezente în structurile oțelurilor cu 12% Cr la diferite temperaturi de revenire sînt M_3C, M_7C_3, M_2X și $M_{23}C_6$. Ele au un anumit domeniu,

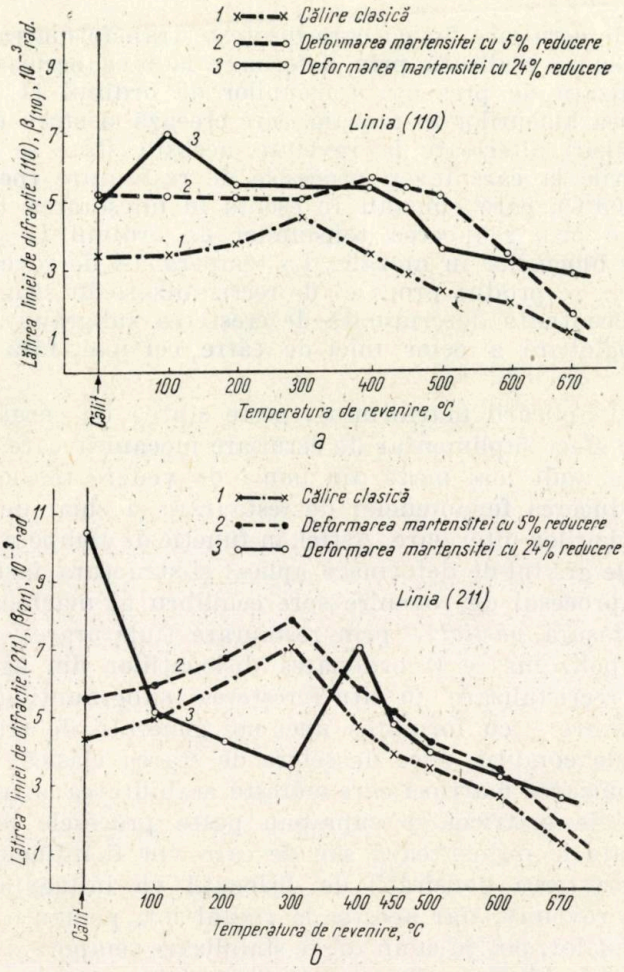


Fig. 4. — Variația lățirii liniilor de interferență $\beta_{(110)}$ (*a*) și β_{211} (*b*) în funcție de temperatura de revenire.

de stabilitate termodinamică, după care se redizolvă în masa de bază sau se transformă pe loc într-o carbură superioară. Formarea carburii definitive, de compoziție stoechiometrică, are loc treptat prin formarea unor faze intermediare instabile. După formarea carburilor cu rețea de echilibru sub formă de particule de diferite dimensiuni și forme, acestea

din urmă se pot modifica în continuare în legătură cu tendința carburilor de a-și micșora energia superficială prin procese de creștere și globulizare. Conform studiilor efectuate de Heuser și Irvine [12], [13] privind tipurile, domeniile de existență și compozițiile carburilor la diferite temperaturi de revenire, precum și din verificările efectuate în altă lucrare [19], rezultă că la oțelurile cu 12% Cr și 0,1% C reacțiile de formare a carburilor se succed în următoarea ordine și intervale de temperaturi :

$$M_3C \rightarrow \begin{cases} M_7C_3 \\ M_2X \end{cases} \rightarrow M_{23}C_6$$

100—400°C 400—600°C peste 500°C

Din figura 5 se constată modul în care se succed aceste carburi, precum și concentrațiile variabile de crom și carbon în interiorul domeniului lor de existență, de asemenea creșterea bruscă a cantității de carburi separate la temperaturi ridicate de revenire. În figura 6 se prezintă morfologia fazelor de carburi existente în oțelul călit clasic :

— *cementita* se formează chiar în timpul răcirii după călire (autorevenire), avînd un conținut de crom corespunzător concentrației medii a oțelului. În primele etape ale revenirii are un aspect lamelar (fig. *6a, b*) cu marginile neregulate, ceea ce poate fi asociat cu o formă de creștere dendritică, și este plasată mai ales în interiorul acelor de martensită. Se observă creșterea ei cantitativă odată cu temperatura, alături de particule grosolane (lungimi de cca 1800 Å) apar și altele mai fine, plasate ordonat, conturînd o serie de sublimite din matrice. Apare foarte clar procesul de îmbogățire treptată în crom (segregația cromului în vederea transformării în situ, și anume de la conținutul maxim al cementitei de 18% Cr spre cel al carburii M_7C_3 de 30—50% Cr), manifestat prin gradul diferit de înegrire pe secțiunea lamelelor (fig. 6 *b, c, d*); acesta poate fi însă atribuit și începerii procesului de redizolvare (creșterea transparenței) a cementitei, care peste 400°C devine instabilă. Cementita păstrează forma de lamele și are un caracter Widmannstätten (fig. 6 *c*), ca urmare a faptului că la temperaturi joase stabilitatea carburilor e maximă (energie superficială și de deformare elastică minime), dacă particulele precipită pe plane de densitate atomică maximă și au forme lamelare.

— După revenire la 300°C se constată (alături de cementita în curs de dizolvare) și prezența unui precipitat fin, irezolubil, plasat ordonat în raport cu structura și substructura martensitei — limite și rețea de sublimite — apoi în toată masa sub formă de nori (fig. 6 *c, d*). Acesta reprezintă *carbura* M_7C_3 *și carbonitrura complexă* M_2X considerate a fi fazele durificatoare de bază ale oțelului cu 12% Cr; la temperaturi ridicate (500—600°C), particulele încep să crească devenind vizibile sub formă de particule globulare și aciculare fine (fig. 6 *e*) ce conturează o serie de subdomenii. Ulterior, carburile plasate pe limite cresc mult mai intens, datorită condițiilor favorabile desfășurării proceselor de difuzie (fig. 6*f*), dînd naștere unei neomogenități dimensionale evidente între carburile de aceeași natură, pe de o parte carburi grosolane cu aspect

poliedric — pe limite — şi pe de altă parte, carburi globulare şi aciculare fine — în masă. Micrografiile optice din figura 7 arată creşterea treptată a sensibilităţii la atac a oţelului călit clasic şi revenit la diferite temperaturi, odată cu apariţia — la 300°C (fig. 7*a*) şi — creşterea cantitativă — la 400°C (fig. 7*b*) — a precipitatelor M_2X şi M_7C_3, apoi separarea şi creşterea preferenţială a carburilor pe limitele de grăunţi (fig. 7*c*) şi ace de martensită (fig. 7*d*), deci distribuţia cu caracter localizat a carburilor.

Din principiile teoretice cunoscute cu privire la rolul imperfecţiunilor structurale în accelerarea proceselor de precipitare, rezultă că deformarea plastică va influenţa substanţial mecanismul şi cinetica separării fazelor de carburi, întrucît asigură fluctuaţiile de energie şi concentraţie necesare germinării şi creşterii lor. Deci, comparativ cu starea călită clasic în cursul etapelor de revenire vor apare modificări în ce priveşte forma, mărimea, cantitatea şi distribuţia carburilor, care vor fi analizate pe grupe de influenţe, în funcţie de mecanismele de interacţiune precipitat-structură de dislocaţii, ce acţionează cu precădere la diferite temperaturi.

La reveniri joase, deformarea plastică acţionează prin mecanismul de interacţiune al dislocaţiilor cu carbonul — formarea atmosferelor Cottrell — ce constituie zone de dizolvare puternică a carbonului (creşte solubilitatea carbonului în martensită) şi transformarea la revenire este întîrziată. Acest mecanism s-a observat la oţelul deformat cu reduceri mari (24%), determinînd la 100°C redizolvarea carburilor separate la deformare — fenomen asemănător reversiunii. Spre deosebire de celelalte stări deformate (5—14%) la care datorită precipitării mai complete a carburilor fine, la revenire la 100°C apare o durificare (vezi fig. 1 — — curbele 2, 3), iar în micrografiile optice (fig. 8 *a*) o accentuare a sensibilităţii la atac, pentru 24% reducere intervine o înmuiere (fig. 1 — curba *4*) şi un atac neomogen (fig. 8*b*), ceea ce relevă fie o redizolvare incompletă, fie deja prezenţa unor precipitări incipiente de carburi aliate.

Cel mai important mecanism de influenţare a proceselor de precipitare de către deformarea plastică este cel de catalizare a germinării pe dislocaţiile existente. Şi în acest caz, formarea germenului de dimensiuni critice (stabil din punct de vedere dimensional la redizolvare) este precedat de un proces de segregare a carbonului şi cromului pe dislocaţii (atmosfere Cottrell). Acest mecanism este prezent pe întreg parcursul de revenire — atîta timp cît efectele deformării nu sînt anulate de procese avansate de recristalizare — şi determină următoarele influenţe :

1. Creşterea dispersiei şi densităţii carburilor ca urmare a formării lor pe un număr mare de germeni — fenomen ce stă la baza durificării importante realizate la reveniri joase, dar mai ales la temperaturi corespunzătoare vîrfului de durificare secundară dispersă. Astfel, pentru 5% reducere la 100°C se observă un proces de precipitare în masă de carburi ε şi M_3C (fig. 9*a* şi 8*a*) ; de asemenea la 300 şi 400°C se observă o cantitate de cementită mult mai mare (fig. 9 *b*, *c*), ce creşte cu gradul de deformare (fig. 9*d*) dar în acelaşi timp foarte dispersă, ceea ce uşurează redizolvarea ei. La temperaturi de 500°C, figurile 10 (menţinere 3 ore) şi 11 (menţinere 25 ore) relevă creşterea dispersiei şi cantităţii carburilor aliate odată cu creşterea gradului de deformare, concomitent cu o dis-

tribuție ordonată în raport cu anumite limite și sublimite, al căror aspect se modifică în funcție de gradul de deformare, în sensul diminuării orientării martensitice (fig. 10*a*, 11 *a*, *b*) și formării unei structuri intens fragmentate cu caracter celular (fig. 10 *b*, *c*, 11 *c*, *d*).

2. Accelerarea procesului de apariție a carburilor aliate la temperaturi mai joase, întrucît se asigură fluctuațiile de energie și concentrație necesare germinării și apoi creșterii lor prin intensificarea difuziei. Acest proces este evident la deformări cu 5% reducere, unde precipitarea carburilor aliate disperse începe de la 300°C (fig. 8*c* și 9*b*) și e foarte intensă la 400°C (fig. 8*e* și 9*c*). La deformări cu 24% reducere (fig. 12 *a-c*) acest efect este deosebit de pregnant (vezi fig. 1, curba *4*) și începe de la 200°C (fig. 12 *a*), determinînd un grad de atac deosebit de intens și extins pe un domeniu larg de temperaturi (fig. 8 *b*, *d*, *f*), în concordanță cu aplatisarea curbei de revenire.

3. Influențarea caracterului de distribuție a carburilor în raport cu substructura, determinînd o distribuție cu caracter localizat pe dislocații, rețele de sublimite și limite, pe care precipitatele fine le conturează indirect. Aceste aspecte substructurale au apărut numai în cazul oțelului deformat cu 24% reducere, datorită gradului avansat de fragmentare a substructurii și existenței unor precipitate foarte fine. Astfel, deja pentru reveniri la 200°C (fig. 12 *a*) se constată o serie de domenii de forme poliedrice cu diametre de 1500—2000 Å, atît pe limitele acelor de martensită, cît și în interiorul lor (unde sînt și mai mici — sub 1000 Å) — considerate din punct de vedere al dimensiunilor și neregularității conturului ca fiind blocuri în mozaic. La 300—400°C (fig. 12 *b*, *c*), dimensiunile lor ajung la 2000—3000 Å, ceea ce denotă o stabilitate dimensională ridicată, determinată de efectul de blocare exercitat de precipitatele fine ; aceasta explică valorile ridicate ale durității și aplatisarea curbei de revenire (v. fig. 1, curba *4*), precum și menținerea constantă la valori ridicate a lățirii liniei de interferență (110) (fig. 4, curba 3) pînă la 500°C.

La 450°C (fig. 12 *d*) pentru reduceri cu 8% precipitatul fin conturează încă domenii de 2000—3000 Å.

La 600°C, micrografiile electronice pun în evidență pentru deformări mici (5%) procesul de recristalizare în situ (apariția și creșterea subgrăunților) — fig. 12 *e* — iar pentru deformări mari (24% reducere), procesul de recristalizare totală — prin apariția unor grăunți fini (fig. 12 *f*), începînd din zona limitelor, fenomene explicabile prin încetarea rolului de fixare a dislocațiilor de către particulele care suferă procese avansate de coagulare. La reveniri de lungă durată (500/100 ore) are loc redistribuirea perfect ordonată a carburilor sub formă de șiruri multiple în raport cu noile rețele de sublimite apărute ca urmare a desfășurării proceselor de poligonizare, ceea ce conferă structurii un aspect celular (fig. 13 *a*,*d* și fig. 14 *a*,*b*). Dimensiunile acestor domenii sînt de ordinul 0,1—1 mμ.

4. Deformarea plastică mărește tendința de creștere a carburilor plasate pe limitele de grăunți și pe limitele intermartensitice (datorită proceselor de difuzie accelerată în zonele cu un număr mare de vacanțe), ceea ce mărește diferențele de dimensiuni dintre carburile de aceeași natură, în funcție de locul de separare (fig. 13 *a-c* și 14 *a*, *b*).

5. Deformarea plastică influențează mecanismul formării carburilor aliate :

— la deformări cu grade mici (5%) predomină mecanismul în situ (fig. 15 *a*, *b*) ; se observă modul direct de formare a carburii M_7C_3 din M_3C — printr-un proces de spargere a particulelor inițiale grosolane, fragmentele cu aspect acicular (50 Å) rămînînd pe loc sub formă de aglomerări. Ele coexistă alături de precipitate irezolubile separate în masă prin germinare separată. Din cauza disponibilității limitate a cromului, o particulă de M_7C_3 este mai mică ca una de M_3C, deci intervine o fragmentare ;

— la deformări cu reduceri mari (24%), predomină precipitarea prin germeni proprii (fig. 15 *c*, *d*) pe numeroasele imperfecțiuni existente.

Corelînd aspectele modificate ce apar în privința comportării substructurii matricei feritice pentru stările deformate — redate de diagramele din figura 4 (curbele 2 și 4) — cu observațiile directe efectuate asupra fazelor de carburi, se pot trage ușor concluzii cu privire la cauzele ce le determină, și anume :

— pentru deformări cu grade mici de reducere (curbele *2*), în afară de efectul ecruisării, și precipitările mult mai masive de carburi fine de cementită (la reveniri joase) sau de carburi de crom (la vîrful de durificare dispersă) aflate într-o stare de coerență cu matricea, vor determina o stare puternică de tensionare, deci deformări la scara grăunților și a blocurilor în mozaic cu un efect suplimentar de creștere a densității de dislocații și a tensiunilor de ordinul II (β (211)), comparativ cu starea călită clasic. Prin relaxarea ulterioară a acestor tensiuni în diferite microvolume are loc un proces suplimentar de finisare a blocurilor (β(110)) care se mențin mult mai fine pînă la 600°C ;

— pentru deformări mari (curbele 3) descreșterea bruscă a tensiunilor de ordinul II (pînă la 300°C) (β(211)) este un fenomen obișnuit ce însoțește procesul de poligonizare — dar acesta nu afectează practic dimensiunile blocurilor în mozaic care se mențin fine pînă la 500°C.

Deci creșterea stabilității substructurii feritei în cursul revenirii stărilor deformate pînă la 600°C se datorește, pe de o parte formării structurii de poligonizare stabile la creștere și, pe de altă parte, rolului stabilizator al carburilor fine precipitate.

Recapitulînd principalele fenomene observate în cursul revenirii oțelurilor deformate în stare martensitică, în privința fazelor de carburi și a matricei, rezultă că creșterea stabilității la revenire pînă la 600°C se datorește unui model de interacțiune complexă — cu efect maxim de durificare și stabilizare — între dislocații și particule, pe de o parte (cu implicații asupra creșterii cantității și dispersiei carburilor), și între particule și rețeaua de dislocații formată prin procesul de poligonizare (pe care precipitatele o blochează — stabilizează), pe de altă parte. Totodată, în condițiile existenței unei rețele stabile de dislocații s-a arătat că și procesele de difuzie a elementelor de aliere în vederea creșterii carburilor sînt mai lente.

La reveniri peste 500°C, cînd interacțiunea favorabilă dintre cei 2 factori structurali încetează, în cazul stărilor deformate vor acționa aceleași procese (aglomerarea carburilor și recristalizarea matricei) ca și la starea călită clasic, determinînd o înmuiere avansată a oțelului.

Deși durităţile după revenire finală la 670°C sînt aceleași (fig. 1 și 2), totuși la scară fină, în microstructura electronică a oţelurilor cu 12% Cr deformate se mai menţin unele aspecte specifice, redate sugestiv de figura 16, și anume :

— pentru deformări cu 5% reducere fazele de carburi sînt mult mai fine și, aparent — datorită dispersiei mari — în cantitate mai mare, fiind plasate ordonat în subgrăunţi fini (fig. 16 *b*), menţinîndu-se încă orientarea martensitică (fig. 16 *c*) ;

— pentru deformări peste 8% (fig. 16 *d*, *e*, *f*), apare net efectul de favorizare a coalescenţei carburilor pe limite, determinînd o disproporţie mare între carburile fine separate în interiorul acelor de martensită (~ 500 Å) și cele grosolane, cu forme neregulate (~ 1μm) de pe limite ;

— forma carburilor, datorită desfășurării proceselor de globulizare, rămîne aceeași, indiferent de dimensiunile și așezarea carburilor ;

— substructura, deși s-a produs recristalizarea în situ, continuă să fie încă fragmentată comparativ cu cea a oţelului călit clasic (fig. 16 *a*).

CONCLUZII

Din cercetările întreprinse asupra desfășurării proceselor de revenire a oţelului cu 12% Cr și 0,1% C sub influenţa deformării plastice la rece a martensitei cu 5—24% reducere au rezultat o serie de efecte comune, dar de intensităţi direct dependente de gradul de deformare aplicat, și anume :

— finisarea (creșterea dispersiei), creșterea cantitativă (densitate mai mare), distribuţia ordonată a carburilor în raport cu structura de dislocaţii, grăbirea și intensificarea substanţială a procesului de descompunere a martensitei și de precipitare de carburi aliate (la temperaturi mai joase și cu viteze mai mari). Aceste efecte arată că, influenţa deformării plastice prealabile asupra modificării mecanismului și cineticii descompunerii la revenire trebuie considerată din punct de vedere al rolului numeroaselor imperfecţiuni ale reţelei cristaline introduse prin deformare, de stimulare a oricărui proces de transformare — fie de descompunere a martensitei (la reveniri joase), fie de precipitare de carburi aliate (la reveniri medii), prin catalizarea proceselor de germinare (pe numeroasele suprafeţe preexistente ca dislocaţii, macle, plane de alunecare, limite și sublimite), precum și de intensificare și localizare a proceselor de difuzie în anumite microdomenii (reţele de sublimite).

În matricea feritică în cursul revenirii se dezvoltă procesul de poligonizare ce implică micșorarea densităţii de dislocaţii, micșorarea tensiunilor de ordinul II și creșterea dimensiunilor blocurilor în mozaic, formarea și creșterea reţelei de sublimite. Ultimul efect este contracarat și atenuat de rolul stabilizator al precipitatelor fine.

De aceea, influenţa deformării plastice la rece (marforming) a martensitei asupra transformărilor structurale la încălzire-revenire ulterioară trebuie considerată pe baza proceselor de interacţiune și recombinare a imperfecţiunilor reţelei cristaline, a căror dezvoltare în anumite limite, în interacţiune directă cu procesele de precipitare ce se desfășoară con-

comitent, poate creea o structură fină, specială ce explică durificarea realizată şi creşterea stabilităţii la revenire pînă la 600°C.

Aplicarea marforming oţelurilor cu 12% Cr şi 0,1% Cr este recomandată numai în măsura în care se urmăreşte o îmbunătăţire a proprietăţilor mecanice de rezistenţă şi, în acest caz, revenirile urmează a se efectua pînă la temperaturi de 450—500°C. Proprietăţile de rezistenţă la coroziune şi de rezistenţă mecanică la cald nu pot fi favorabil influenţate de acest tratament.

BIBLIOGRAFIE

1. M. L. Bernstein, *Termomehaniceskaia obrabotka metallov i splavov*, vol. I, II, Izd. Metallurgia, Moskva, 1968.
2. E. B. Kula, S. V. Radcliffe, J. Metalls, **5**, *10*, 775 (1963).
3. M. L. Bernstein, P. Goller, *Influenţa prelucrărilor termomecanice asupra proprietăţilor oţelului de construcţii de maşini*, Fizika metallov i metallovedenie, *1*. **23**, 176 (1967).
4. M. L. Bernstein, *Influenţa prelucrării termomecanice asupra descompunerii martensitei la reveniri joase*, F.M.I.M., *3*, **24**, 463 (1967).
5. Ia. V. Sahnazarov, *Durificarea oţelului prin deformare la temperatura transformării martensitice*, M.I.T.O.M., *3*, 65 (1968).
6. A. V. Supov, D. A. Prokoşkin, *Influenţa ecruisării la rece asupra proprietăţilor mecanice şi structurii fine a oţelului supus tratamentului termomecanic*, Stali, *9*, 846 (1965).
7. H. Hubert, *Influenţa deformării plastice prealabile a martensitei din oţelul inoxidabil cu 12% Cr asupra mecanismului descompunerii în cursul deformării*, Sesiunea de comunicări a I.P.B., mai 1970.
8. N. Breyer, H. Polakowski, *Deformarea la rece a oţelurilor martensitice*, TASM, **55**, 667—683 (1963).
9. Yuzo Hosoi, Keneth Pinnow, *Proprietăţile de rezistenţă ale oţelului inoxidabil tip 410, deformat înainte şi după transformarea martensitică*, Trans. ASM, **53**, 591—602 (1961).
10. R. G. Westgren, E. J. Dulis, *Efectul „austrolling" asupra proprietăţilor oţelului inoxidabil 422*. Advances in the technology of stainless steels and related alloys *369*, ASTM p. 8—15 (1963).
11. D. A. Woodford, *Unele observaţii asupra marstraining a oţelului cu 12% Cr*, Metallurgia **75**, *447*, 3 — 8 (1967).
12. K. J. Irvine, D. J. Crowe, B. Pickering, *Metalurgia fizică a oţelurilor cu 12% Cr*, Journal of the Iron and Steel Institute august, *195*, 386—405 (1970).
13. J. J. Heuser, J. M. Capenos, B. R. Banerjee, *Structura submicroscopică la revenirea oţelului inoxidabil 410*, Trans. ASM, **54**, 514—525 (1961).
14. C. Drapal, *Modificări structurale la prelucrarea termică a oţelurilor cu 13% Cr*. Symposium a nerezavejicich ocelich. Praha 1961, 125—138.
15. Karchner G. M., *Metodă pentru extragerea replicilor de carbon de pe oţel care elimină dizolvarea precipitatelor fine de cementită*. ASM. Transactions Quaterly, **60**, *4* 716 (1967).
16. N. Geru, *Metode pentru studiul defectelor reţelei cristaline* (I şi II). Metalurgia, *1* şi *2*, 67, 128 (1969); Studii şi cercetări de metalurgie, *2* (1970).
17. S. S. Gorelik, *Roentgenograficeskii i electronograficeskii analiz metallov*, Moskva, 1963, 122.
18. L. N. Larikov, *Cercetarea cineticii recristalizării la revenire a aliajului Fe—Cr călit*, Sbornic Voprosî fiziki metallov i metallovedenie, *13*, 104. A.N. URSS (1961).
19. S. Baicu, H. Hubert, *Transformări microstructurale la revenirea oţelurilor refractare cu 12% Cr complex aliate*, St. cerc. metalurg., **II**, *2*, 243—250 (1966).

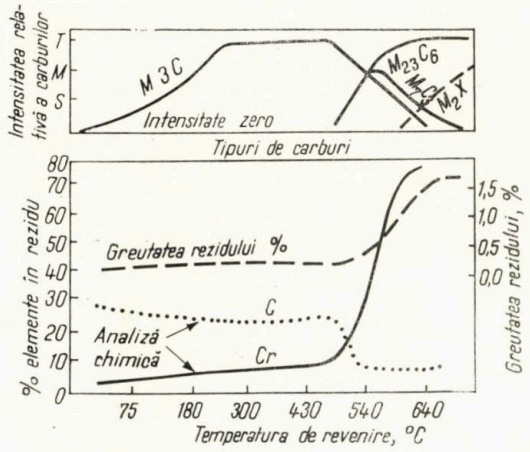
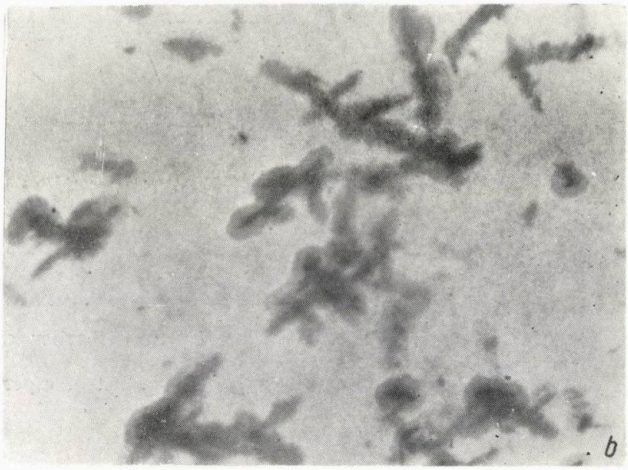
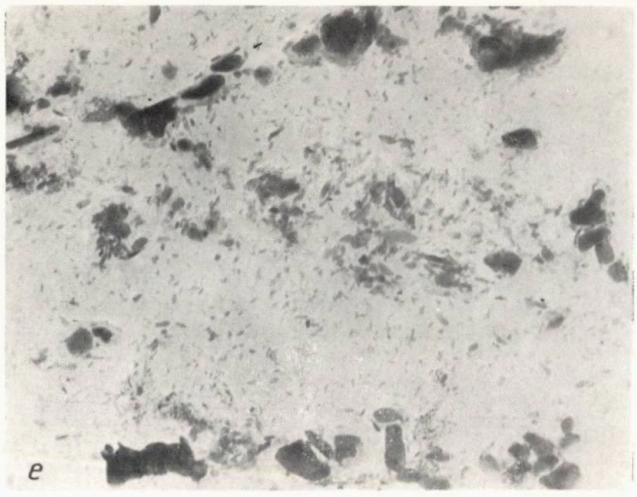


Fig. 5. — Succesiunea carburilor aliate și variația concentrației lor în C și Cr în cursul revenirii oțelului cu 12% Cr la diferite temperaturi [13].

a


b

c



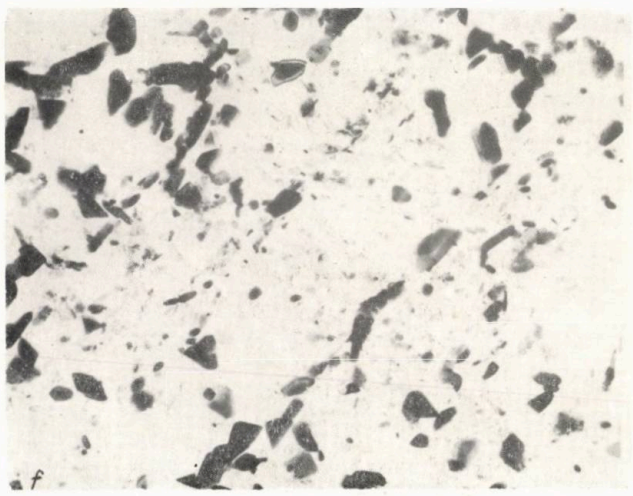


Fig. 6. — Micrografii electronice ale oţelului cu 12% Cr călit clasic, după revenire timp de 3 ore la : *a* — 100°C ; *b* — 200°C ; *c* — 300°C ; *d* — 400°C ; *e* — 500°C ; *f* — 600°C. Replici de extracţie cu carbon. (*a* — 15200 :1 ; *b*, *d* — 64000 : 1 ; *c* — 20000 : 1 ; *e* — 61000 : 1 ; *f* — 18000 :1).

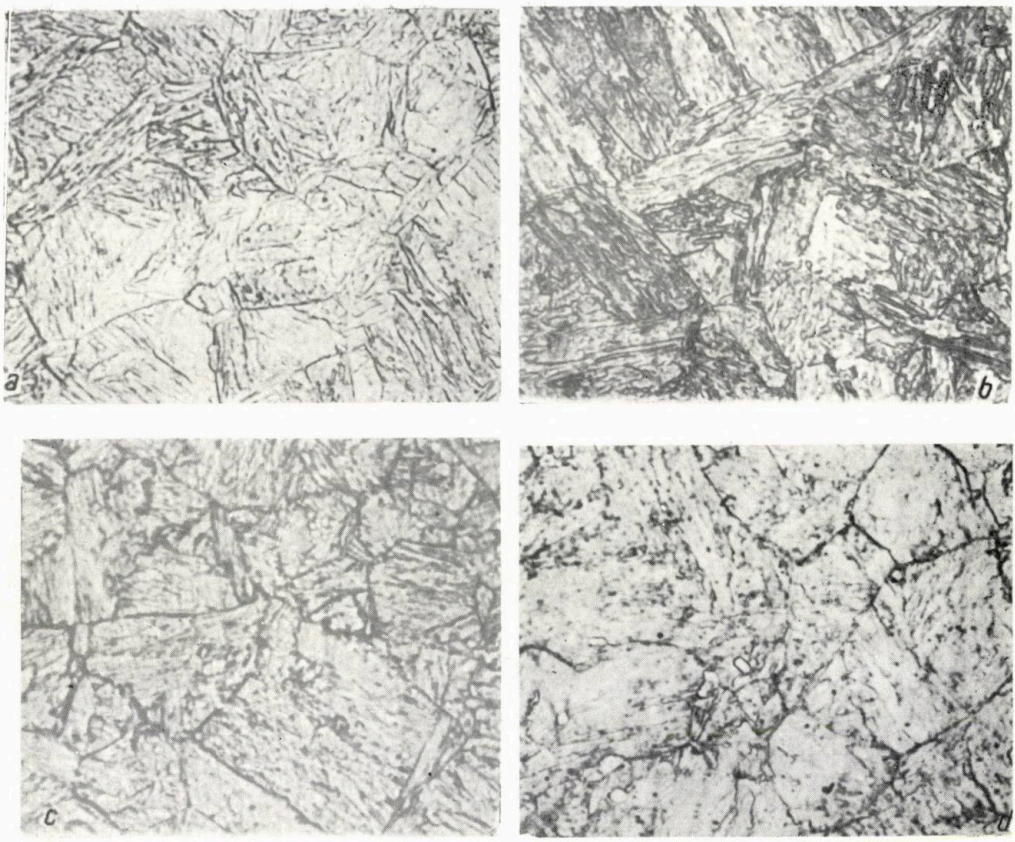
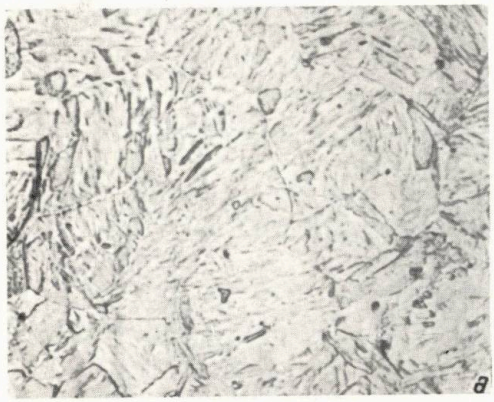


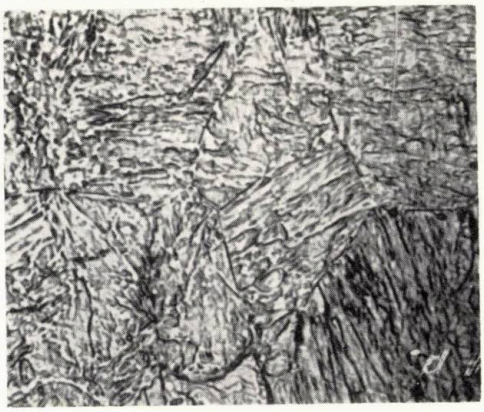
Fig. 7. — Micrografii optice ale oțelului cu 12 % Cr călit clasic după revenire timp de 3 ore la : *a* — 300°C ; *b* — 400°C ; *c* — 450°C ; *d* — 500°C.
Atac Vilella. (1000 :1).

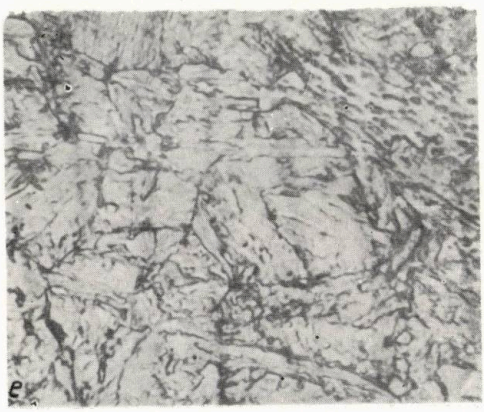
Fig. 8. — Micrografii optice ale oțelului cu 12 % Cr călit și deformat la rece cu 5 % (*a*, *c*, *e*) și 24 % reducere (*b*, *d*, *f*) și apoi revenit 3 ore la : *a*, *b* — 100°C, *c*, *d* — 300°C și *e*, *f* — 400°C
Atac Vilella. (1000 :1).

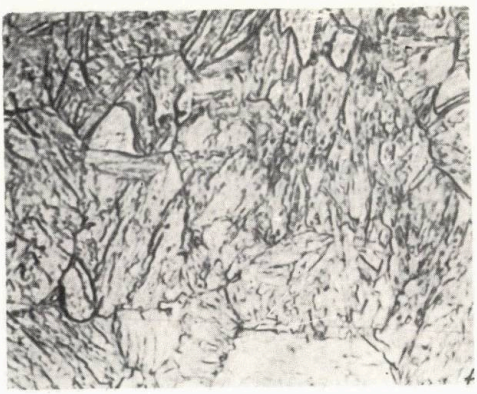

a

b

c


d


e


f

a

b

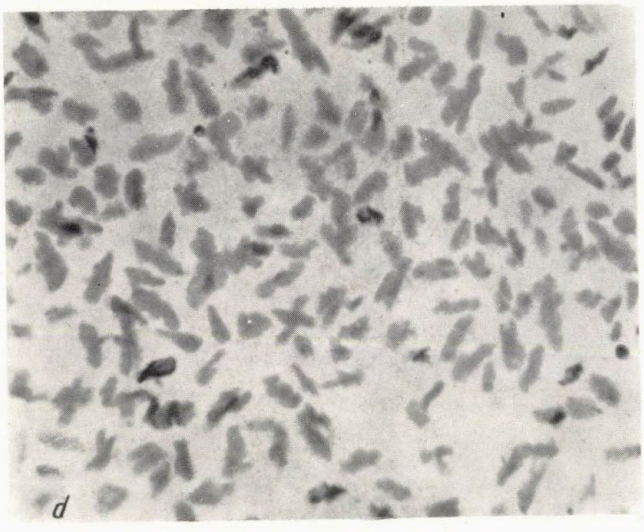


Fig. 9. — Micrografii electronice ale oțelului cu 12% Cr călit și deformat la rece cu 5% (*a*, *b*, *c*) și 14% reducere (*d*) și apoi revenit 3 ore la: *a* — 100°C; *b* — 300°C și *c*,*d* — 400°C.
Replici de extracție cu carbon. (*a* — 50 000 : 1, *b*, *c* — 15 200 :1; *d* — 64000 :1).

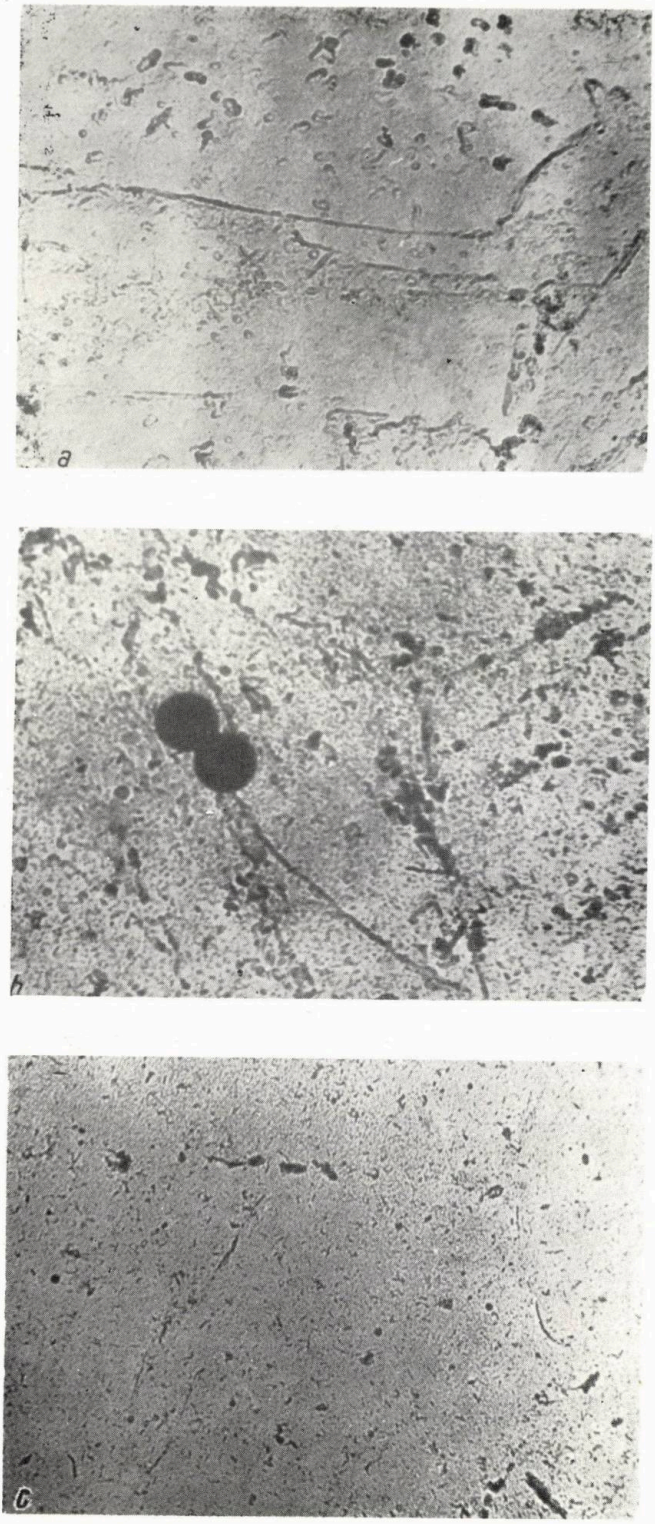


Fig. 10. — Micrografii electronice ale oțelului cu 12 % Cr, revenit la 500°C 3 ore după călire și deformare la rece cu 5 % (*a*); 8 % (*b*) și 24 % reducere (*c*).
Replici de extracție cu carbon. (15200 :1).

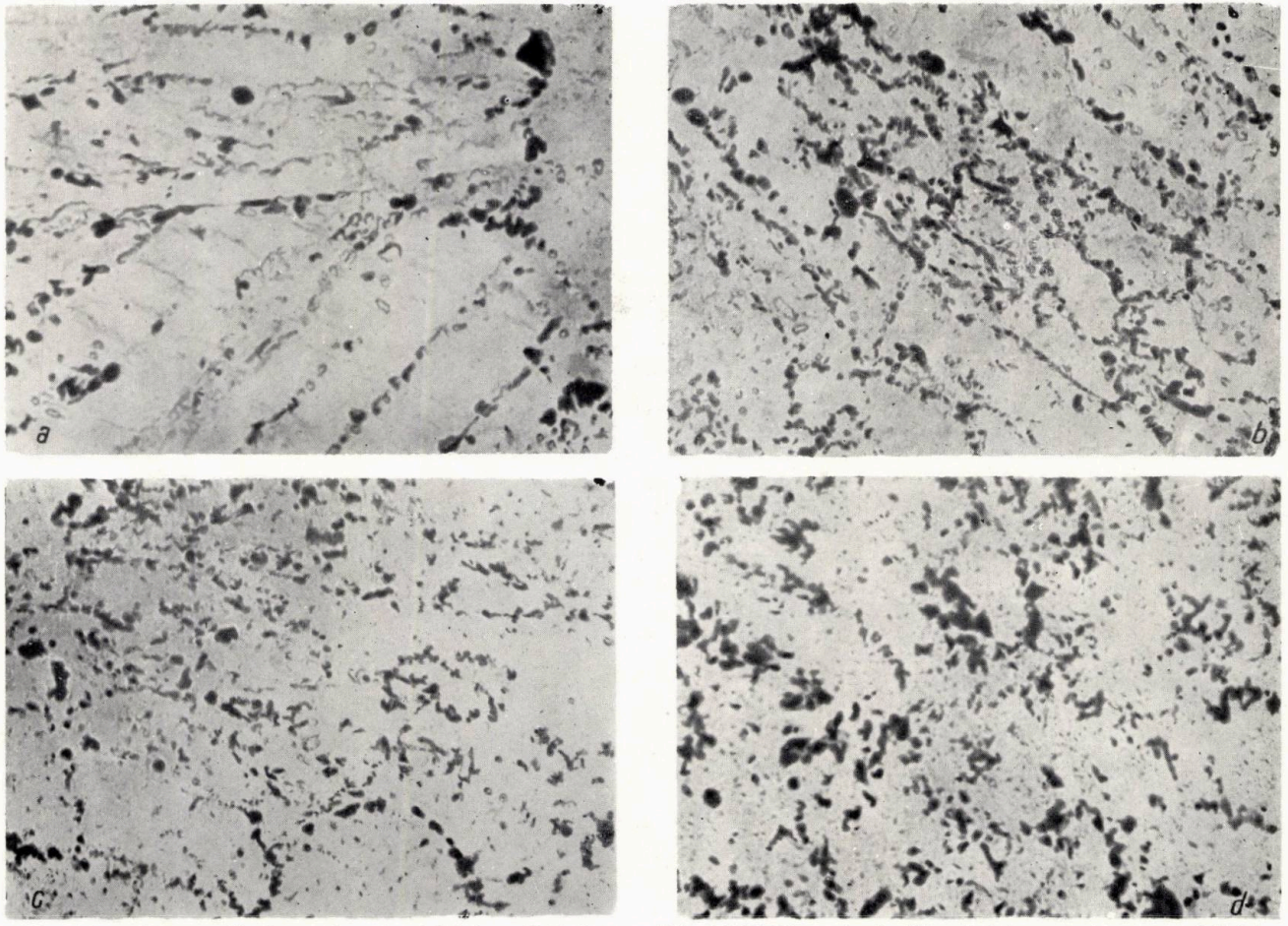
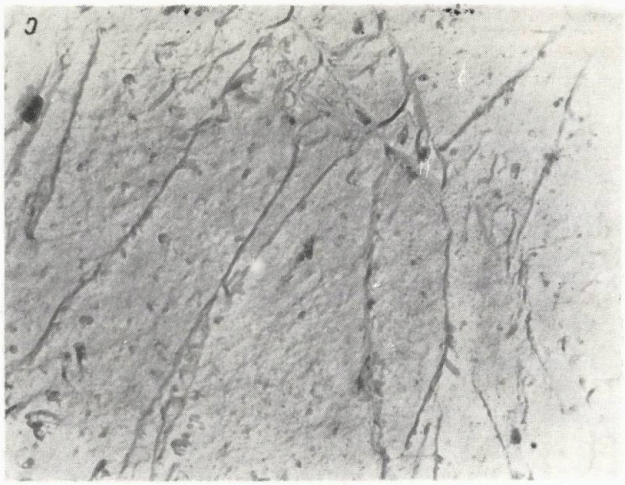
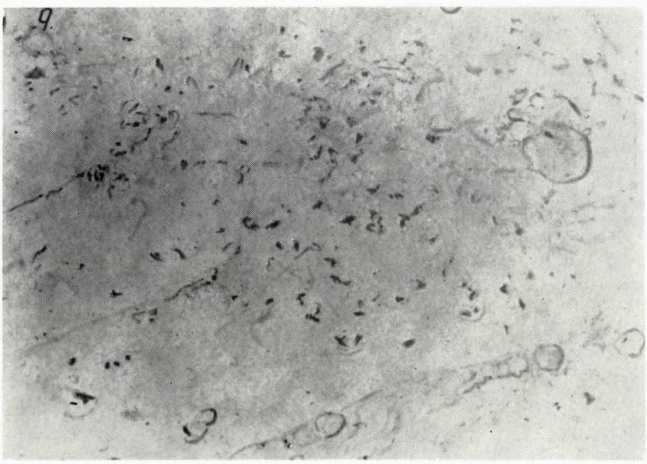
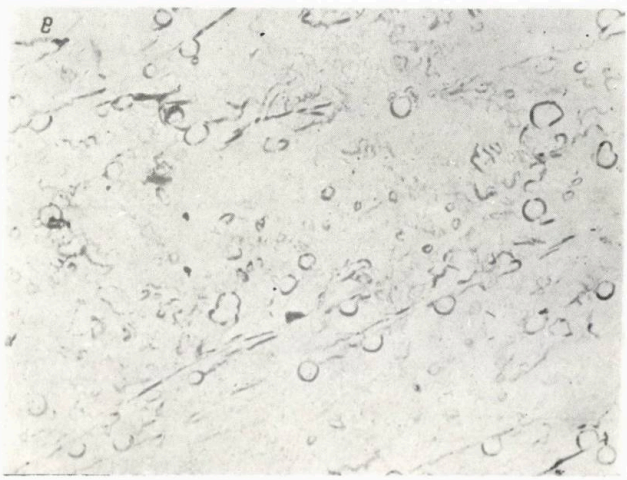
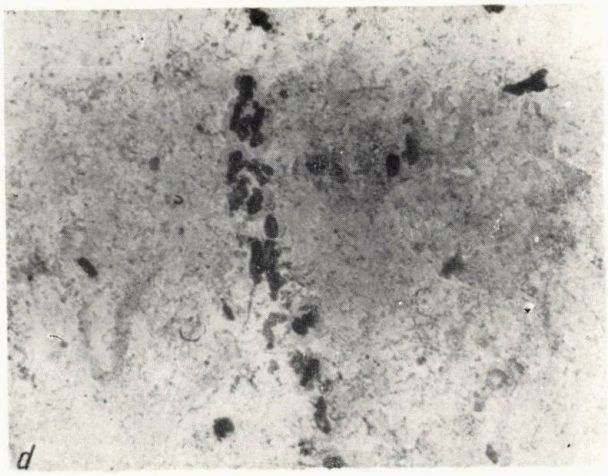


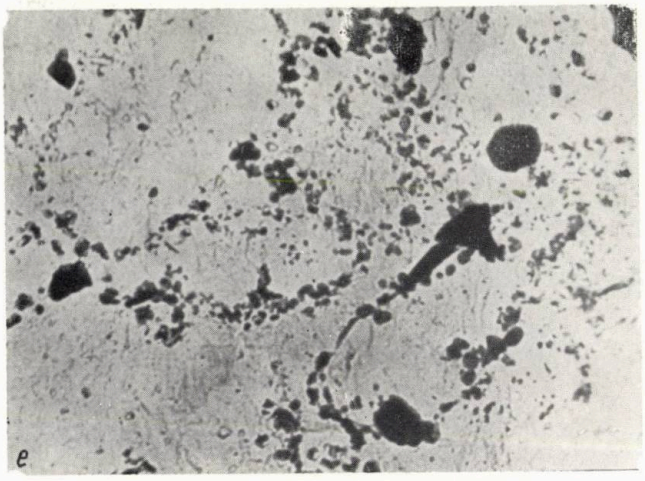
Fig. 11. — Micrografii electronice ale oțelului cu 12 % Cr revenit la 500°C 25 ore după călire și deformare la rece cu 5 % (*a*), 8 % (*b*), 14 % (*c*) și 24 % reducere (*d*). Replici de extracție cu carbon. (15200 :1).


c


b


a





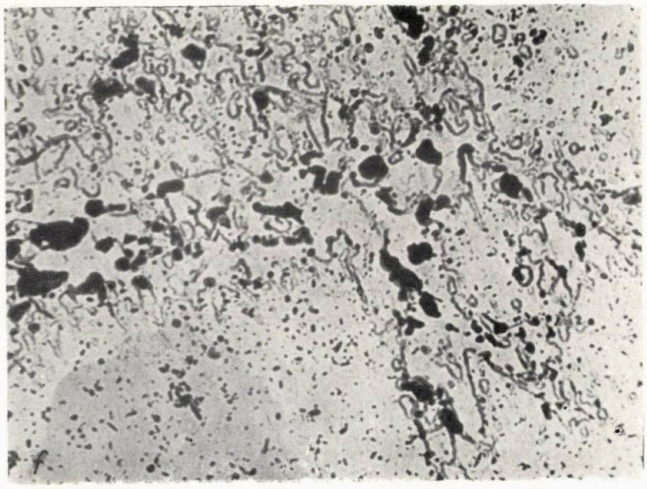
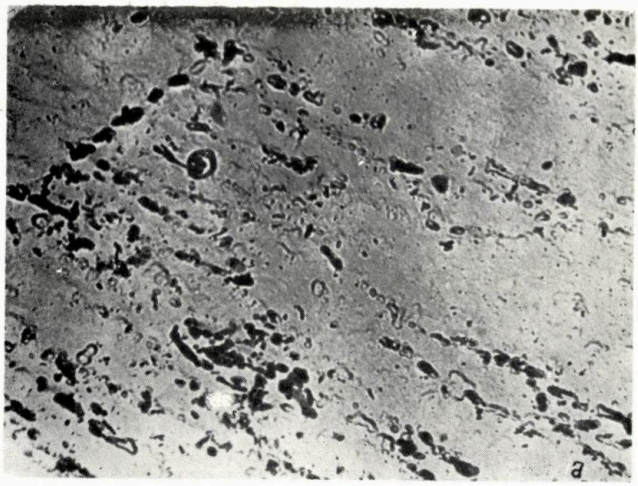
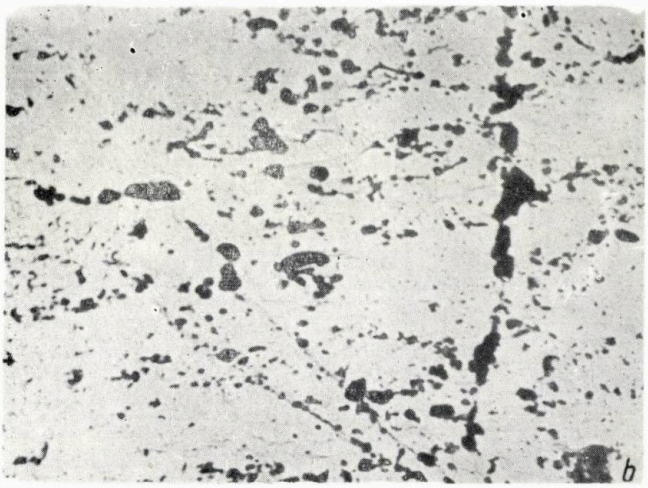
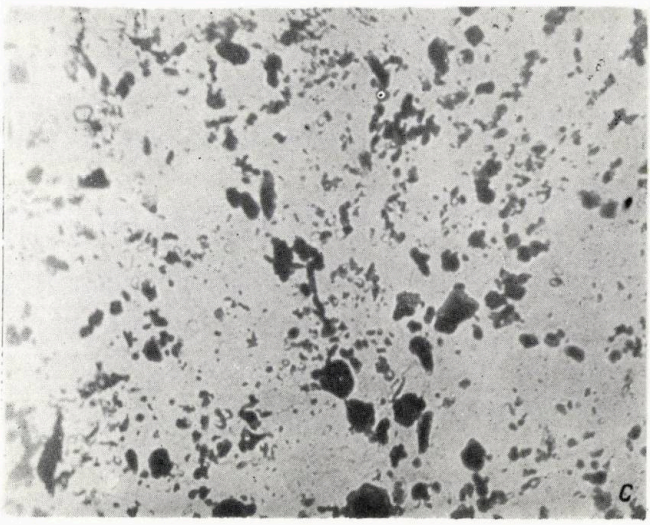


Fig. 12. — Micrografii electronice ale oțelului cu 12% Cr călit și deformat la rece cu 5% (*e*), 8% (*d*) și 24% reducere (*a*, *b*, *c*, *f*) și apoi revenit la : *a* — 200°C/3h ; *b* — 300°C/3h, *c* — 400°C/3h ; *d* — 450°C/3h ; *e* — 600°C/25 *h* și *f* — 600°C/3h ; Replici de extracție cu carbon. *a*, *b*, *c*, *e*, *f* — 15200 : 1 ; *d* — 61000 :1).


a


b


c

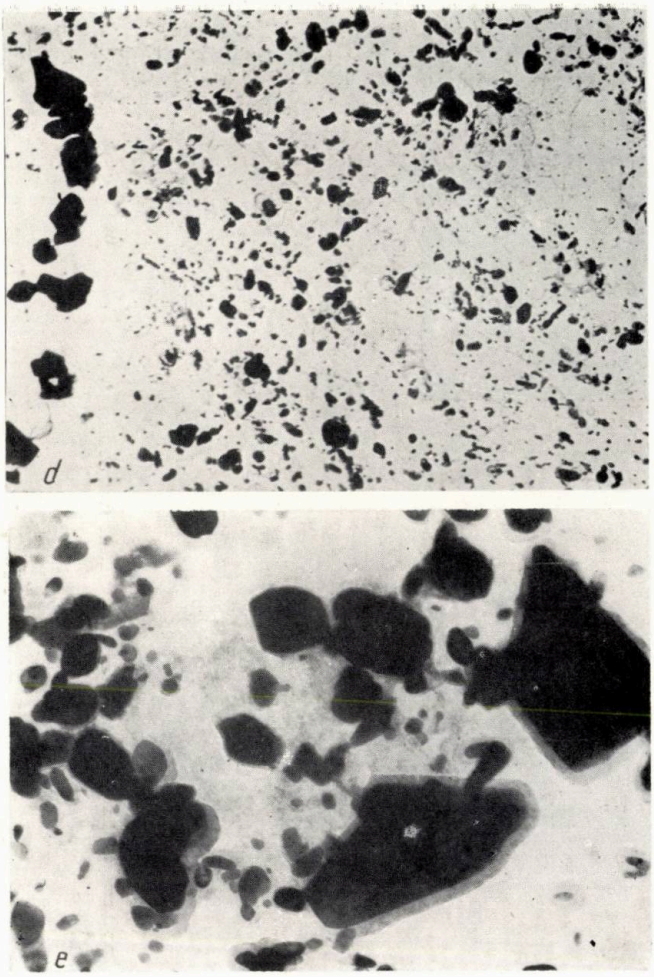
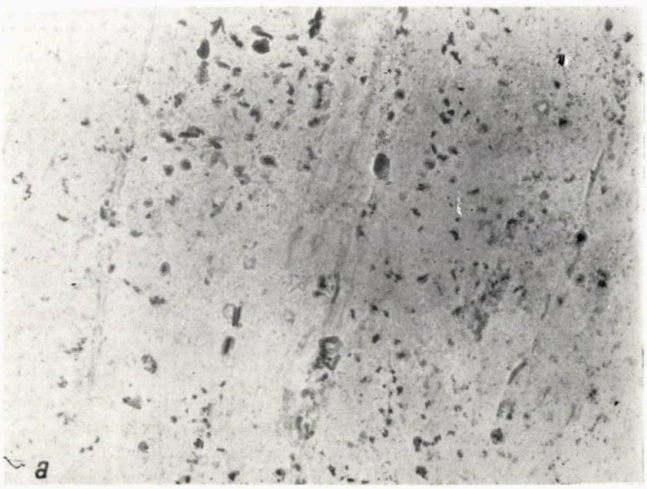


Fig. 13. — Micrografii electronice ale oţelului cu 12 % Cr revenit la 500°C timp de 100 ore după călire şi deformare la rece cu 5 % (*a*), 8 % (*b*), 14 % (*c*) şi 24 % (*d*, *e*, *N*). (*a*, *b*, *c*, *d*) ; — 15200 :1 ; *e* — 61 000 :1).

Fig. 14. — Micrografii optice ale oțelului cu 12% Cr călit și deformat la rece cu 8% reducere și apoi revenit 3 ore la 500°C (*a*) și 600°C (*b*). Atac Vilella. (1000 :1).



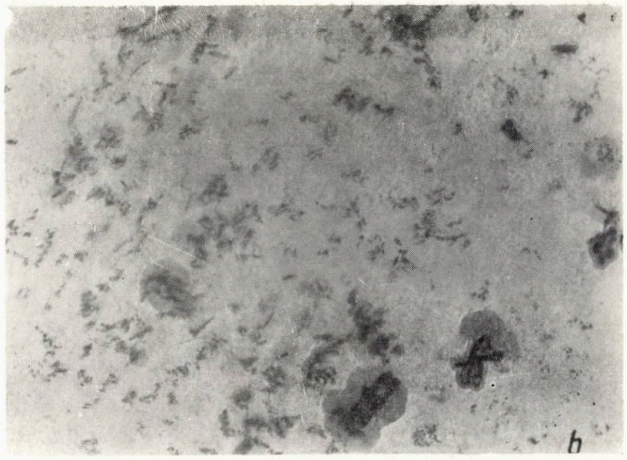
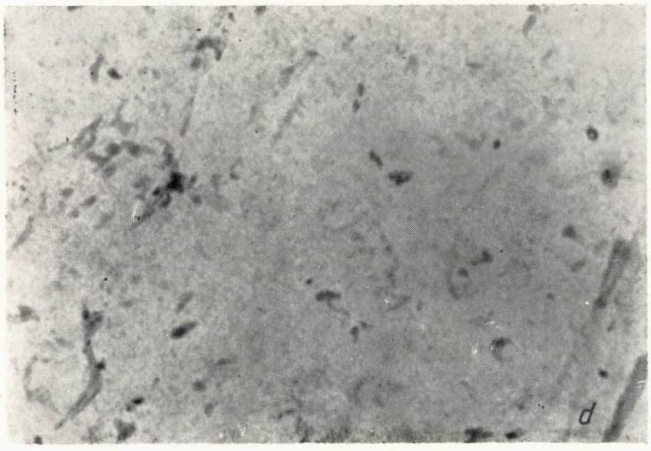
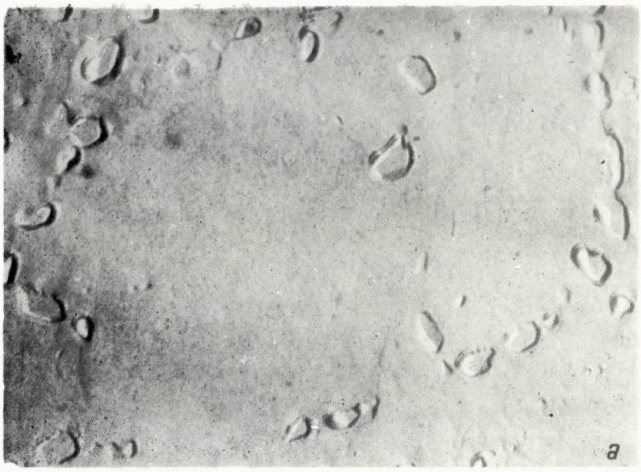
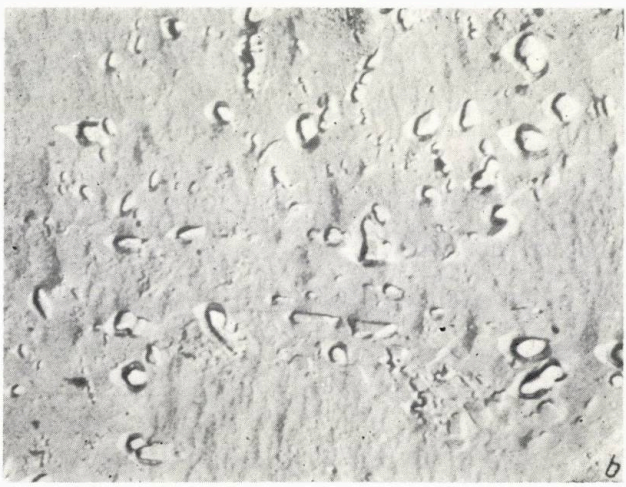


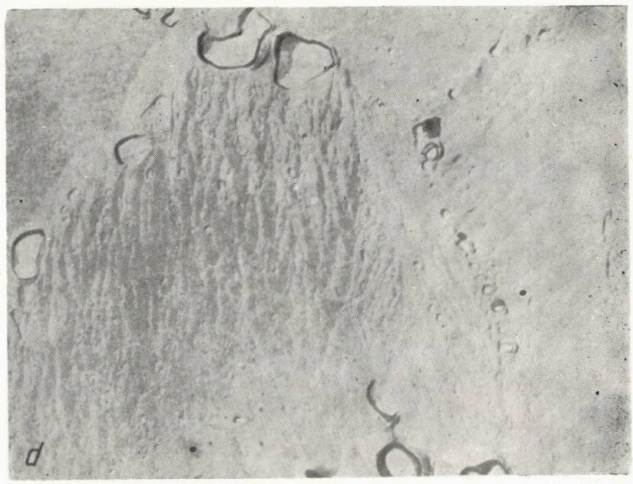
Fig. 15. — Micrografii electronice ale oțelului cu 12 % Cr revenit la 450°C — 3 ore după călire și deformare la rece cu 5 % (*a*, *b*) și 24 % reducere (*c*, *d*). Replici de extracție cu carbon. (*a* — 15200 :1 ; *b*, *d* — 61000 : 1 ; *c* — 24000 :1).




a


b

c



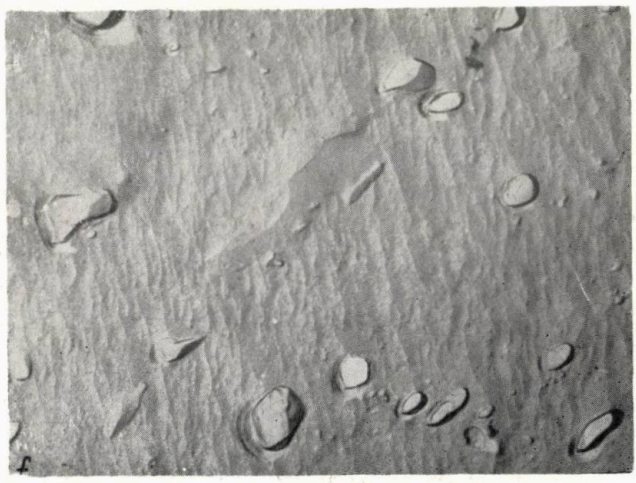


Fig. 16. — Micrografii electronice ale oțelului cu 12%, revenit la 3 ore la 670°C după călire clasică (*a*), călire și deformare la rece cu 5% (*b*, *c*), 8% (*d*), 14% (*e*), și 24% reducere (*f*). Replici în două trepte colodiu-carbon. (15200 : 1).

CERCETĂRI CU PRIVIRE LA DETERMINAREA CONDIȚIILOR DE FRECARE LA LAMINAREA LA RECE CU VITEZE RIDICATE

EUGEN CAZIMIROVICI

Institutul politehnic București

În lucrare se analizează principalele metode folosite pentru determinarea coeficienților de frecare la laminare, iar pe baza acestei analize se precizează metodele ce se pot folosi în cazul laminării cu viteze ridicate.
Metodele propuse pentru laminarea cu viteze ridicate sînt analizate pe baza laminărilor experimentale în intervalul de viteză 5—50 m/s cu reduceri pînă la 50 % și folosindu-se două unsori tehnologice frecvent utilizate la laminarea la rece a oțelurilor carbon.
În concluzie se constată că pentru laminarea la rece cu viteze ridicate, coeficienții de frecare se pot determina cu rezultate bune pe baza măsurătorilor forțelor de laminare, prezentîndu-se în acest scop nomograme originale pentru determinarea coeficientului de frecare la laminarea la rece.

Condițiile de frecare în procesul de deformare plastică în general cît și în cazul laminării la rece în particular reprezintă o necesitate de a fi studiate, avîndu-se în vedere că la valorile mărimilor care caracterizează frecarea în zona de deformare (coeficientul de frecare μ sau forța specifică de frecare τ) influențează parametri energetici ai procesului de deformare, uzura instrumentului care produce deformarea, calitatea suprafețelor produselor obținute prin deformare plastică cît și majoritatea parametrilor caracteristici ai procesului de deformare cum ar fi mărimea și repartizarea presiunilor specifice în zona de deformare, avansul la laminare, lățirea etc.

Pentru condițiile specifice ale laminării la rece în general și ale laminării la rece cu viteze ridicate în special, care reprezintă tendința principală a zilelor noastre pentru intensificarea procesului de deformare plastică prin laminare, cunoașterea din punct de vedere cantitativ a frecării în zona de deformare are o mare importanță pentru compararea diferitelor unsori tehnologice între ele și determinarea celor care pot să ușureze condițiile de laminare.

De asemenea, pentru interes pur teoretic găsirea unei metode de determinare a frecării în cazul laminării la rece cu viteze ridicate ar da posibilitatea studierii influenței vitezelor ridicate de laminare asupra frecării din focarul de deformare, domeniu al teoriei laminării foarte puțin cercetat.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 193 — 200, 1971

Pînă în prezent într-un număr foarte mare de lucrări experimentale s-a încercat recomandarea de diferite metode şi instalaţii cu ajutorul cărora să se studieze şi să se determine frecarea la laminare [1], [2].

În lucrarea de faţă s-a încercat să se facă o analiză a principalelor metode de determinare a frecării la laminare pentru a se putea recomanda în final metodele care ar putea da rezultate mulţumitoare pentru cazul laminării la rece cu viteze ridicate.

Una din metodele cele mai vechi şi mai simple pentru determinarea coeficientului de frecare la laminare se bazează pe faptul că în momentul iniţial al prinderii, unghiul maxim de prindere este egal cu unghiul de frecare.

Cu toată simplitatea acestei metode şi neglijîndu-se chiar inexactităţile provenite din greutatea obţinerii momentului real al prinderii, această metodă nu se poate folosi în cazul laminării cu viteze ridicate în special pentru faptul că la viteze mari condiţiile de prindere se înrăutăţesc foarte mult şi obţinerea momentului real al prinderii practic este imposibilă.

Metoda cleştelui propusă de Pavlov [3], precum şi alte metode ce folosesc frînarea benzii în timpul laminării [4] de asemenea nu dau rezultate precise ca urmare a faptului că în cazul frînării coeficientul de frecare determinat corespunde condiţiilor frecării elastice sub sarcină şi nu condiţiilor frecării din timpul deformaţiei plastice.

Din punctul de vedere al folosirii acestei grupe de metode pentru determinarea coeficientului de frecare în condiţiile laminării la rece cu viteze ridicate greutăţile decurg din următoarele:

— oprirea laminorului imediat după frînarea benzii între cilindri este imposibilă de la viteze ridicate, iar ca urmare patinarea îndelungată a cilindrilor pe banda de laminat duce la deteriorarea cilindrilor;

— construcţia instalaţiilor pentru frînarea benzii de la viteze ridicate se complică foarte mult;

— apar în momentul frînării benzii solicitări dinamice foarte mari.

Diferitele metode directe de măsură a coeficienţilor de frecare cu ajutorul microcaptorilor de forţă montaţi în cilindri de laminare [5] sau cu al cilindrilor secţionaţi (un segment din cilindru datorită forţelor de frecare din zona de deformare apasă pe captori de forţă montaţi în rostul lăsat între segmentul decupat din cilindru şi restul cilindrului [6]), nici una nu poate fi folosită pentru cazul laminării la rece cu viteze ridicate. Aceasta deoarece instalaţiile se folosesc chiar la viteze mici cu destulă greutate; cînd vitezele sînt mari, faptul că cilindrii au elemente detaşabile este foarte periculos, ele putînd fi smulse şi aruncate de forţele centrifuge care apar.

Rezultă că singurele metode care pot fi totuşi folosite pentru determinarea coeficienţilor de frecare sau a forţelor specifice de frecare la laminarea la rece cu viteze ridicate sînt metodele indirecte pe baza diferiţilor parametri ai procesului de laminare.

Dintre toţi parametri procesului de laminare la rece cu viteze ridicate, din punct de vedere tehnic, pentru determinarea caracteristicilor frecării se pot folosi doar forţa totală de laminare şi avansul.

Pentru determinarea coeficientului de frecare, pe baza măsurătorilor forţelor de laminare, din toate formulele cunoscute pentru calculul

presiunii specifice, au fost luate în analiză doar formulele lui Stone și Telicov ca unele din cele mai folosite relații de calcul a presiunilor specifice la laminarea la rece.

Formula lui Stone rezultă din ecuația diferențială a laminării (ecuația lui Karman) în care pentru rezolvare s-au admis simplificările [7]:

— grosimea laminatului în secțiunea x a focarului deformației este egală cu grosimea medie;

— lungimea zonei de avans este egală cu lungimea zonei de întîrziere, respectiv unghiul critic $\gamma = \frac{\alpha}{2}$;

— forța specifică de frecare este egală cu $\tau_x = \mu p_x$.

Cu toate aceste simplificări formula lui Stone are totuși o expresie suficient de incomodă pentru calcule practice reprezentînd o funcție transcendentă:

$$p_{med} = K_{med} \frac{e^{\frac{\mu l_c}{h_{med}}} - 1}{\frac{\mu l_c}{h_{med}}}, \qquad (1)$$

în care:

p_{med} — presiunea specifică medie de laminare;
K_{med} — rezistența medie la deformare $K_{med} = 1{,}15\sigma_c$;
σ_c — limita de curgere a oțelului laminat;
μ — coeficientul de frecare;
l_c — lungimea arcului de contact — $l_c = \sqrt{R\Delta h\left(1 + \frac{P'}{4750\,\Delta h}\right)}$;
R — raza cilindrului de laminare;
Δh — reducerea absolută;
P' — forța de laminare pe unitate de lățime a benzii laminate;
h_{med} — înălțimea medie a laminatului în zona de deformare.

Pentru rezolvarea relației (1) în funcție de coeficientul de frecare, am construit nomograma prezentată în figura 1, care simplifică foarte mult modul de calcul cu ajutorul formulei lui Stone.

Formula lui Telicov obținută pe baza legii de repartizare a presiunii specifice în zona de deformare are următoarea expresie [8]:

$$p_{med} = \beta k_f \frac{2h}{\Delta h\,(\delta - 1)}\left[\frac{1 + \sqrt{1 + (\delta^2 - 1)\left(\frac{H}{h}\right)^{\delta}}}{\delta + 1}\right]^{\frac{1}{\delta}}\left\{\left[\frac{1 + \sqrt{1 + (\delta^2 - 1)\left(\frac{H}{h}\right)^{\delta}}}{\delta + 1}\right]^{\frac{1}{\delta}} - 1\right\} \qquad (2)$$

în care:

β — influențează efortul unitar principal mijlociu σ_2 și are valoarea maximă 1,15;

K_f — rezistența la deformare a oțelului laminat

$$K_f = n_e . n_t . n_v . \sigma_c ;$$

n_e — coeficient care ține cont de mărirea lui σ_c datorită ecruisării;
n_t — coeficient care ține cont de mărirea lui σ_c datorită tracțiunii în bandă la laminare;
n_v — coeficient care ține cont de influența vitezei de deformare asupra lui σ_c;

$$\delta = \mu \sqrt{\frac{2D}{\Delta h}}, \quad \varepsilon = \frac{\Delta h}{H}.$$

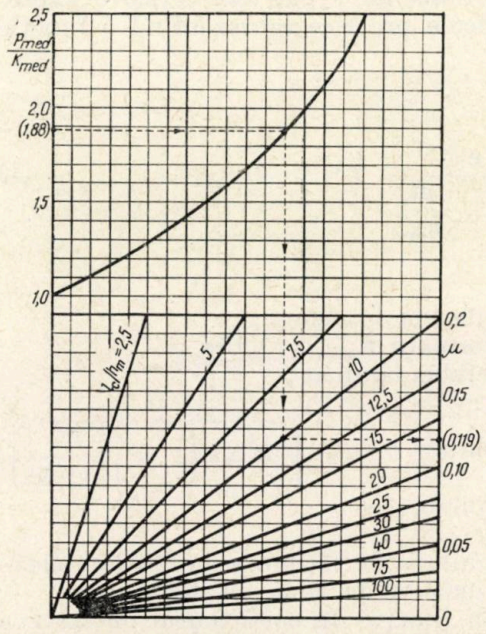


Fig. 1. — Nomogramă pentru determinarea coeficientului de frecare la laminarea la rece pe baza formulei lui Stone [7].

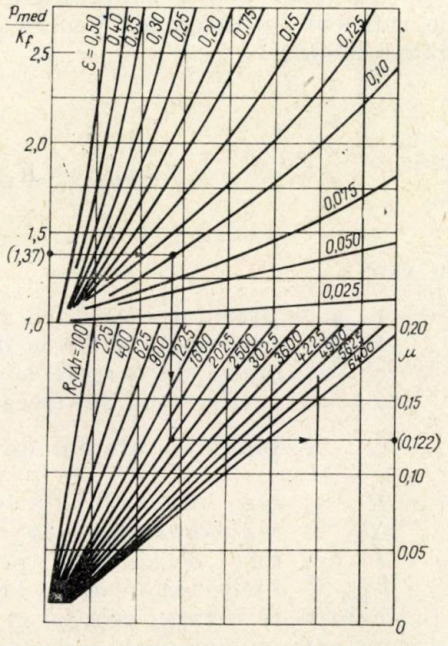


Fig. 2. — Nomogramă pentru determinarea coeficientului de frecare la laminarea la rece pe baza formulei lui Telicov [7].

De asemenea și pentru rezolvarea formulei lui Telicov în funcție de coeficientul de frecare s-a construit o nomogramă prezentată în figura 2.

Pentru determinarea coeficientului de frecare pe baza valorilor măsurate ale avansului s-au folosit de asemenea pentru analiză două metode.

Prima metodă determină coeficientul de frecare pe baza relațiilor lui Fink și Pavlov [8] care dau valoarea unghiului critic γ funcție de mărimea avansului S_h (formula (3)) și respectiv valoarea unghiului de

frecare β în funcție de unghiul de prindere α și unghiul critic γ (formula (4))

$$\gamma = \sqrt{\frac{S_h \cdot h}{R}}, \tag{3}$$

$$\beta = \frac{\alpha^2}{2\alpha - 4\gamma}. \tag{4}$$

Cunoscîndu-se unghiul de frecare, coeficientul de frecare va fi

$$\mu = \operatorname{tg} \beta. \tag{5}$$

Unghiul de prindere se determină prin relația cunoscută

$$\alpha = \operatorname{arc\,cos}\left(1 - \frac{\Delta h}{D}\right), \tag{6}$$

iar avansul s-a măsurat de asemenea prin două metode, prin metoda chernărelor și prin o metodă originală prin care se poate înregistra oscilografic viteza laminatului la ieșirea dintre cilindri pe baza căreia apoi s-a calculat avansul.

A doua metodă luată în studiu s-a bazat pe relația lui Starcenko care dă direct valoarea coeficientului de frecare în funcție de avans:

$$\mu = \frac{\sqrt{\lambda - 1}}{1 - 2\sqrt{S_h/(\lambda - 1)}} \cdot \sqrt{\frac{H}{4\lambda R_c}} \tag{7}$$

în care:

λ este coeficientul de alungire $\lambda = \frac{L_2}{L_1}$;

R_c — raza cilindrului deformat elastic.

Compararea valorilor coeficienților de frecare, determinați prin aceste patru metode indirecte, în timpul laminării la rece a unor probe din oțel de tip OLC-08 cu grosimea inițială $H = 2$ mm cu două unsori tehnologice (ulei mineral și ulei de floarea soarelui hidrogenat de tip ПКС — 1) pe un laminor experimental Ø 270 mm la viteza de laminare de 5 m/s, se dau în figurile 3 și 4.

Din aceste diagrame reiese că valorile coeficienților de frecare calculate pe baza măsurătorilor forțelor de laminare se micșorează cu creșterea reducerii aplicate, iar valorile coeficienților de frecare calculate pe baza măsurătorilor avansului cresc cu creșterea reducerii.

După datele existente în literatura de specialitate [1] privind influența reducerii asupra valorilor coeficienților de frecare rezultă că în general coeficienții de frecare scad cu creșterea reducerii aplicate, deci

ca o primă concluzie se poate afirma că determinarea coeficienţilor de frecare pe baza forţelor de laminare măsurate este mult mai aproape de realitate.

Valorile coeficienţilor de frecare determinate pe baza măsurătorilor avansului la laminare au o variaţie inversă în funcţie de reducerea aplicată faţă de cele determinate pe baza forţelor de laminare, probabil din cauză

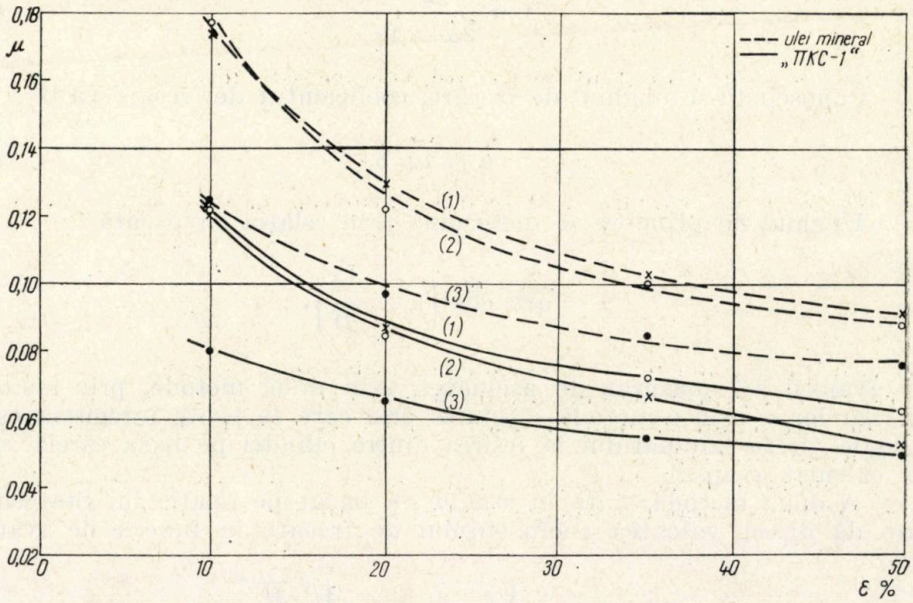


Fig. 3. — Variaţia coeficientului de frecare în funcţie de reducerea şi unsoarea tehnologică folosită la laminarea la rece a unor benzi din oţel de tip OLC-08 cu $H = 2$ mm. Coeficienţii de frecare s-au determinat cu formulele lui Stone (1), Telicov (2) şi relaţia $\mu = \frac{\tau}{p_{med}}$ (3), [7].

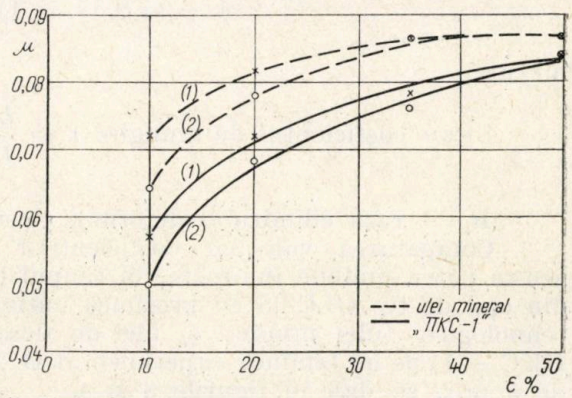


Fig. 4. — Variaţia coeficienţilor de frecare în funcţie de reducere şi unsoarea tehnologică folosită la laminarea la rece a unor benzi din oţel de tip OLC-08 cu $H = 2$ mm. Coeficienţii de frecare s-au determinat cu formulele lui Starcenko (1) şi Pavlov-Fink(2) [7].

că în relaţiile (3), (4) şi (7) se admite că frecarea este constantă pe suprafaţa de contact ceea ce nu este real.

De asemenea, forma şi dimensiunile suprafeţei de contact admise pentru deducerea acestor formule se deosebesc de forma şi dimensiunile reale ale suprafeţei de contact între metalul laminat şi cilindrii de laminare deformaţi elastic.

Chiar cu aceste inexactități determinarea coeficienților de frecare pe baza valorilor avansului măsurat experiemental se poate folosi totuși foarte bine, în special în cazul cînd se urmărește compararea anumitor caracteristici ale procesului de laminare pe baza coeficienților de frecare.

Comparîndu-se valorile coeficienților de frecare determinați cu ajutorul formulei lui Stone cu mărimile coeficienților de frecare determinați prin alte metode directe de măsurare, rezultă că formula lui Stone dă

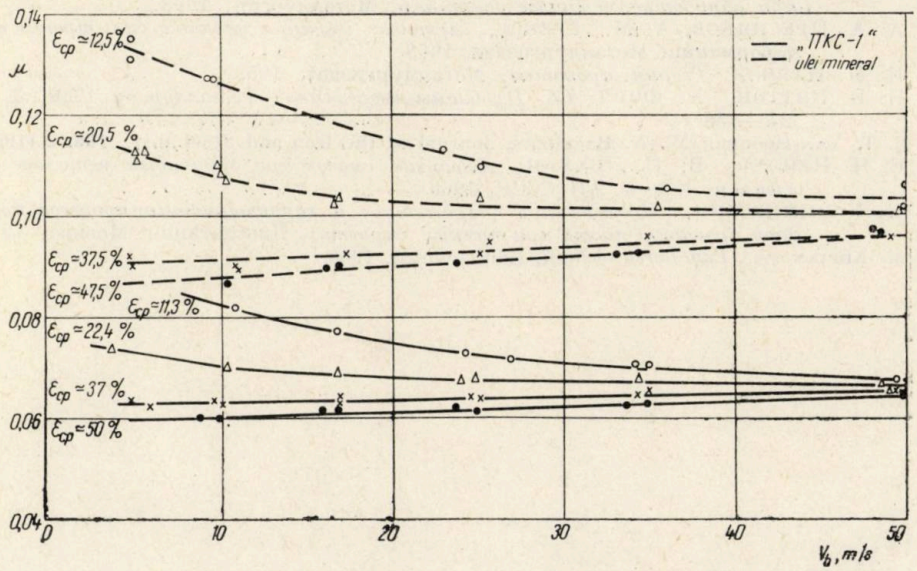


Fig. 5. — Variația coeficientului de frecare la laminarea la rece a benzilor din oțel de tip OLC-08 (H = 2 mm) în funcție de viteza de laminare, reducere și unsoarea tehnologică folosită [7].

rezultate suficient de precise în special pentru calculele practice inginerești cum ar fi cele necesare comparării efectivității diferitelor unsori tehnologice folosite la laminarea la rece a benzilor din oțel pe laminoare continue sau pentru analizarea variației coeficienților de frecare în funcție de diferiți alți parametri ai laminării.

Folosind metoda de determinare a coeficienților de frecare pe baza formulei lui Stone la diferite viteze la laminare (în intervalul 5—50 m/s), rezultatele obținute și prezentate în figura 5 sînt logice atît din punctul de vedere al valorilor absolute cît și al variației lor în funcție de viteza de laminare.

Acest lucru ne îndreptățește să propunem folosirea acestei metode în cercetările viitoare din domeniul laminării benzilor la rece.

Pentru scopuri pur teoretice determinarea coeficienților de frecare pe baza formulelor existente de calcul, a presiunii specifice de laminare nu dă rezultate cu un grad de precizie prea mare. Aceasta ca urmare a faptului că coeficienții de frecare vor îngloba toate imperfecțiunile acestor formule, date de simplificările admise precum și ca urmare a impreciziei determinării rezistenței la deformare (care la rîndul ei depinde

de o serie întreagă de factori cum ar fi viteza de laminare, viteza de deformație, starea de ecruisare a metalului laminat, efectul termic apărut în timpul procesului de laminare etc.).

BIBLIOGRAFIE

1. А. К. Чертавских, В. К. Белосевич, *Трение и технологическая смазка при обработке металлов давлением*, Металлургия, 1968.
2. А. А. Пресняков, А. М. Греков, *Методы изучения уделлых сил трения при деформации*, Металлургиздат, 1963.
3. И. М. Павлов, *Теория прокатки*, Металлургиздат, 1950.
4. П. В. Виттон, Х. Форд, *Сб. Проблемы современной металлургии*, 1956, *3*, p. 118—158.
5. C. T. Van-Rooger, W. A. Backofen, Journal of the Iron and Steel Inst., **186**, 2 (1957).
6. С. Я. Вейлер, В. И. Лихман, *Действие смазок при обработке металлов давлением*, Изд-во АН СССР, 1960.
7. Е. Казимирович, *Исследование параметров и характеристик процесса холодной прокатки листа при высоких скростях*, Диссертация, Москва, 1970.
8. M. Adrian s.a.. *Laminarea oțelului*, Edit. tehnică, 1960.

INFLUENȚA DEFECTELOR DE SUDARE ASUPRA SUSCEPTIBILITĂȚII LA FISURARE A ÎMBINĂRILOR CAP LA CAP

V. SAFTA și L. VARGA
Centrul de sudură și încercări la oboseală — Timișoara

Se analizează influența exercitată de defectele de sudare, în special de tipul nepătrunderilor, asupra rezistenței la rupere a unor epruvete plate cu fisuri marginale practicate în secțiunile unor îmbinări sudate cap la cap la table de 5, 10, 20 și 30 mm grosime.
Rezultatele experimentale au evidențiat o accentuată dependență a rezistenței la rupere de gradul de severitate a defectului, exprimabilă printr-o dreaptă de regresie avînd coeficientul de pantă independent de mărimea defectului.

1. GENERALITĂȚI

La nivelul tehnicii actuale defectele din îmbinările sudate sînt inerente proceselor tehnologice aplicate. Din acest motiv studierea influenței lor asupra însușirilor de rezistență și deformabilitate a cusăturii în condițiile complexe de exploatare la care sînt supuse, a format și formează obiectul unor preocupări intense pe plan internațional [1]—[6].

Problema centrală care se pune este corelarea influenței la care ne-am referit cu rezultatele controlului nedistructiv (radiografic, ultrasonic, magnetic etc.), problemă condiționată de multitudinea factorilor care intervin, fie direct fie indirect în această relație la o îmbinare dată. Dintre factorii de condiționare directă se menționează natura sarcinii aplicate, modul de solicitare, natura defectului, precum și mărimea, frecvența și distribuția acestora. Dintre factorii de condiționare indirectă se menționează metodele de control, datorită concludenței lor limitate, în special în aprecierea profunzimii defectelor [7], criteriile de clasificare a defectelor [8], [9], datorită convenționalismului acestora și în final interacțiunea defect-răspunsul materialului, prea puțin cunoscută în momentul de față și care la rîndul ei depinde de geometria defectelor, distribuția tensiunilor în secțiunea periculoasă etc.

În cadrul unor acțiuni mai ample, vizînd cercetarea metodelor de control a calității sudurilor, la Centrul de sudură și încercări la oboseală Timișoara s-au abordat studii privind determinarea susceptibilității la fisurare a sudurilor cu defecte.

St. cerc. metalurg., Tom. 16, Nr. 2, p. 201—208, 1971

Spre deosebire de majoritatea investigaţiilor din acest domeniu, axate pe determinarea rezistenţei statice, respectiv a rezistenţei la oboseală a cusăturii [1], [10], obiectivul urmărit în lucrarea de faţă a fost cercetarea influenţei defectelor din sudură asupra rezistenţei la tracţiune a cusăturii în prezenţa unor fisuri artificiale. Cu alte cuvinte lucrarea are la bază ideea stabilirii efectului defectelor asupra rezistenţei la propagare a fisurii în sudură.

2. METODOLOGIA CERCETĂRILOR EXPERIMENTALE

Cercetările experimentale efectuate în prima fază s-au referit la suduri cap la cap realizate pe table din oţel carbon obişnuit, marca OL 37, grosimile tablelor utilizate fiind de 5, 10, 20 şi 30 mm.

Ca procedeu de sudură s-a folosit sudura prin topire în arc electric. Plăcile de 5,20 şi 30 mm grosime au fost sudate exclusiv manual; plăcile de 10 mm grosime au fost sudate atît manual cît şi semiautomat în mediu de CO_2, precum şi automat sub strat de flux.

Marginile plăcilor au fost prelucrate obişnuit, la plăcile de 10 mm grosime executîndu-se suduri în formă de V, iar la grosimile de 20 şi 30 mm, suduri în formă de X.

Plăcile au fost sudate cu următoarele tipuri de defecte [11]: incluziuni de gaze, majoritatea de tipul *Aa*, incluziuni de zgură de tipul *Ba* şi *Bb* dar mai puţine, lipsă de pătrundere de tipul *Da*, prezente la aproape toate plăcile încercate, lipsă de topire (*C*), crestături marginale (*F*) şi umplere incompletă. Din punctul de vedere al încadrării în clasele de calitate [11], îmbinările se plasează în domeniul III-V, cu menţiunea că întrucît adîncimea nepătrunderilor a fost în general aceeaşi la diferite grosimi de tablă, îmbinările realizate la grosimi de 5 mm s-au plasat în clasa a V-a de calitate, pe cîtă vreme îmbinările realizate la grosimile de 20—30 mm, s-au plasat în clasa a III-a de calitate. Pentru comparaţie s-au realizat suduri îngrijite fără defecte.

Prelevarea probelor s-a efectuat într-o strînsă corelare cu zonele defecte stabilite din radiografii. Prin forma şi dimensiunile epruvetelor (fig. 1), s-a avut în vedere:

— ca ruperea să fie amorsată în sudură în secţiunea corespunzătoare defectelor observate;

— să se asigure o similitudine geometrică a secţiunii efective, $(b-2c)/c = 1{,}0$, precum şi un raport constant între adîncimea tăieturii practicate şi lăţimea epruvetei, $c/b = 0{,}187$;

— aplicarea axială şi centrică a sarcinii.

Epruvetele au fost supuse la solicitări de tracţiune urmărindu-se determinarea rezistenţei la rupere în prezenţa defectelor σ_{rd}, la o viteză de încărcare constantă, $V_\sigma = 0{,}5$ kgf/mm^2/s.

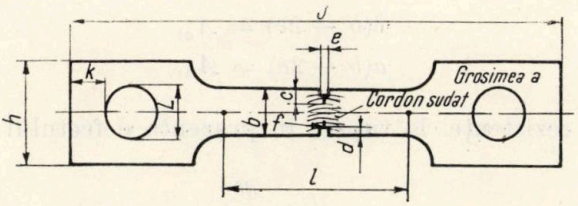
Valorile obţinute s-au raportat la rezistenţa la rupere a cusăturii din zonele fără defecte σ_r, obţinută cu acelaşi tip de epruvete.

Dată fiind ponderea defectelor de tip *Da* în îmbinările realizate, drept criteriu pentru aprecierea gradului de severitate a defectului s-a

ales raportul A_a/A_0, în care A_a reprezintă aria efectivă a defectelor, măsurată în suprafaţa casurii, iar A_0, secţiunea minimă iniţială, determinată prin măsurare pe baza relaţiei

$$A_0 = a\ (b - 2c) \tag{1}$$

în care a, b, şi c au semnificaţia din figura 1.



Grosimea tablei a (mm)	Dimensiuni (mm)										
	b	c	d	e	f	g	h	i	j	k	l
5	8	1,5	0	0,4	0,4	20	50	80	220	15	25
10	16	3	1,5	2	0,4	32,5	55	120	300	20	25
20	32	6	4,5	3	0,4	32,5	65	150	350	30	28
30	48	9	7,5	4	0,4	32,5	70	180	460	40	28

Fig. 1. — Tipul de epruvetă folosit la experimentări

3. REZULTATELE OBŢINUTE, INTERPRETAREA LOR

Încercările s-au efectuat pe un număr de 50 epruvete. Pentru a ţine seama însă de efectul momentelor încovoietoare suplimentare, produse în cazul probelor sudate unilateral în V cu nepătrunderi la rădăcina sudurii şi care se datoresc solicitării excentrice a secţiunii minime a epruvetei, s-a procedat la corectarea raportului σ_{ra}/σ_r stabilit din încercare.

Aplicîndu-se regula compunerii solicitării de tracţiune exprimată prin :

$$\sigma_t = \frac{F}{(a-\delta)\ (b - 2c)} \tag{2}$$

cu solicitarea de încovoiere, dată de relaţia

$$\sigma_i = \frac{6F\left(\frac{a}{2} - \frac{a-\delta}{2}\right)}{(a-\delta)^2\,(b-2c)} = \frac{3F\cdot\delta}{(a-\delta)^2\,(b-2c)}, \tag{3}$$

care derivă din ecuaţia lui Navier, F fiind forţa aplicată iar δ lăţimea nepătrunderii, se ajunge la expresia tensiunii reale

$$\sigma_r = \sigma_t + \sigma_i = \frac{F}{(a-\delta)\ (b-2c)}\left(1+\frac{3\delta}{a-\delta}\right). \tag{4}$$

Făcînd înlocuirile

$$\begin{aligned} \delta(b-2c) &= A_d, \\ a(b-2c) &= A_0, \end{aligned} \tag{5}$$

scriind relaţia rezistenţei la rupere în prezenţa defectului

$$\sigma_{rd} = \frac{F}{a(b-2c)} \tag{6}$$

şi făcînd raportul între relaţiile (6) şi (4), se ajunge la forma

$$\left(1+\frac{3\frac{A_d}{A_0}}{1-\frac{A_d}{A_0}}\right)\frac{\sigma_{rd}}{\sigma_r} = 1-\frac{A_d}{A_0}. \tag{7}$$

Expresia din paranteza membrului stîng al relaţiei (7) reprezintă corecţia care trebuie aplicată raportului σ_{rd}/σ_r în cazul solicitării compuse de tracţiune cu încovoiere.

Cu toate că în mod riguros relaţia (3) rezultă din condiţia comportării elastice a materialului, corecţia a putut fi aplicată în cazul de faţă, deoarece deformaţiile plastice au fost împiedecate în secţiunea de rupere a epruvetei prin forma adoptată (fig. 1).

Rezultatele experimentale sînt prezentate în figura 2. Pentru comparare în figura 2, s-a trasat şi curba teoretică [4], [5], descrisă de relaţia

$$\frac{\sigma_{rd}}{\sigma_r} = 1-\frac{A_d}{A_0}\cdot\alpha\ (A_d) \tag{8}$$

corespunzînd cazului ideal, cînd valoarea funcţiei $\alpha(A_d) = 1$. În mod evident în relaţia (8):

$$\sigma_{rd} < \sigma_r,$$

întrucît forţa necesară ruperii probelor cu defecte este mai mică decît a celor fără defecte, iar raportarea acesteia se face la secţiunea iniţială.

Din figura 2 se observă că populaţia punctelor experimentale indică o dependenţă statistică între parametrii adimensionali σ_{rd}/σ_r şi

A_d/A_0. Corelația stabilită pe baza acestor rezultate este independentă de grosimea tablei în intervalul 5—30 mm, fiind exprimată prin dreapta de regresie

$$\frac{\sigma_{rd}}{\sigma_r} = 1 - 1{,}2\,\frac{A_d}{A_0} \tag{9}$$

trasată plin în figura 2.

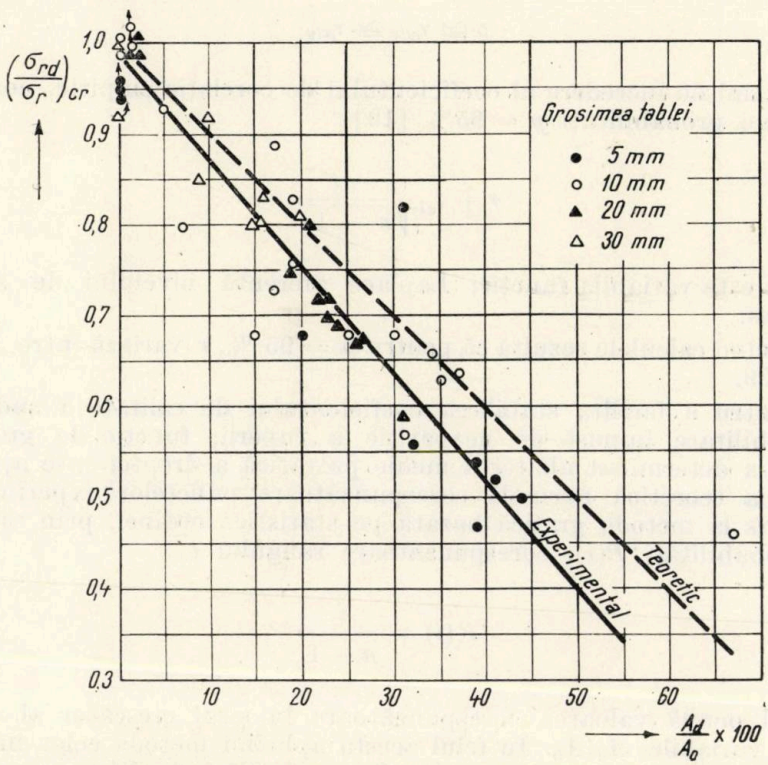


Fig. 2. — Variația raportului dintre rezistența la rupere a sudurii cu defecte și rezistența la rupere a sudurii fără defect, cu mărimea relativă a ariei defectelor.

După cum rezultă, coeficientul unghiular $\alpha = 1{,}2$ este independent de mărimea defectului (A_d).

Intensitatea corelației s-a verificat cu ajutorul raportului de corelație η [12], și a coeficientului de corelație empiric r, calculat cu ajutorul formulei lui Pearson. Calculul s-a efectuat tabelar folosindu-se cîte 10 intervale pentru ambele variabile. Pentru rapoartele de corelație s-au determinat valorile

$$\eta_{y/x} = 0{,}865,$$
$$\eta_{x/y} = 0{,}868,$$

iar pentru coeficientul de corelație :

$$r = -0{,}837$$

ceea ce atestă o dependență statistică intensă între σ_{rd}/σ_r și A_d/A_0.

Linearitatea regresiei stabilite a fost confirmată prin testul de încadrare a coeficientului teoretic de corelație

$$\rho \cong \eta_{y/x} \cong \eta_{x/y} \tag{10}$$

în intervalul de încredere al coeficientului de corelație empiric, corespunzător unei probabilități $p = 95\%$ [12]

$$r \mp z_{q1} \frac{1 - r^2}{\sqrt{n-1}}, \tag{11}$$

în care z este variabila funcției Laplace aferentă nivelului de semnificație ales.

Făcînd calculele rezultă că pentru $p = 95\ \%$, r variază între $-0{,}745$ și $-0{,}929$.

Pentru a facilita stabilirea coeficientului de calitate a sudurii cu o probabilitate impusă de neapariție a ruperii, funcție de gradul de defect, s-a determinat abaterea medie patratică a dreptei care ajustează distribuția teoretică normală corespunzătoare punctelor experimentale. S-a recurs la metoda grafică bazată pe statistica ordinei, prin afectarea unei probabilități $P(i)$, corespunzătoare rangului i

$$P(i) = \frac{i}{n+1}, \tag{12}$$

pe care-l ocupă valoarea corespunzătoare în șirul crescător al celor n valori a variabilei A_d/A_0. În felul acesta aplicînd metoda celor mai mici patrate s-a obținut liniarizarea din figura 3. Făcînd diferența absciselor corespunzătoare probabilității $p = 0{,}8413$ și a medianei se găsește valoarea abaterii standard $s(A_d/A_0) = 0{,}13$. Cu valoarea determinată se pot stabili limitele dreptei de regresie corespunzătoare oricărui nivel de probabilitate.

Comparativ cu alte caracteristici mecanice, rezistența la propagarea fisurii este simțitor mai afectată de defectele de tipul celor analizate [1], [13]—[15]. Pentru exemplificare se menționează [16], că la un oțel chiar mai susceptibil la defecte interne, avînd o rezistență la rupere de 50 kgf/mm^2, rezistența sa statică la tracțiune scade în intervalul de defecte 0—40 % cu circa 15 %, la defectele naturale și cu circa 35 % la defectele artificiale. În cazul analizat scăderea corespunzătoare este de aproape 50 %.

Este de așteptat ca la oțelurile de rezistență mijlocie și în special la cele de mare rezistență, capacitatea de încărcare relativă să fie in-

fluenţată şi mai substanţial în prezenţa defectelor, ca urmare a sensibilităţii lor deosebite la încrestare. Din acest motiv se consideră oportună extinderea cercetărilor şi la aceste oţeluri, investigarea unui domeniu mai larg de tipuri de defecte frecvent întîlnite în practica realizării

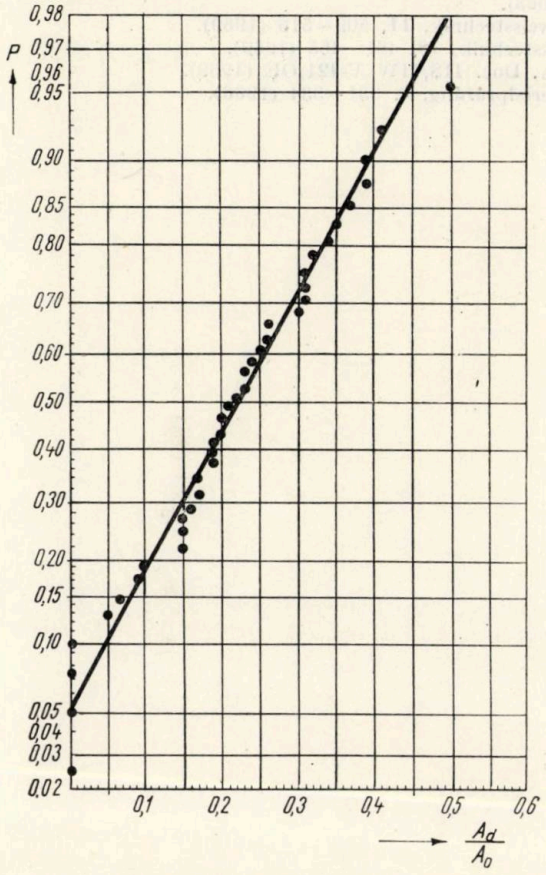


Fig. 3. — Distribuţia valorilor determinate ale gradului de defect.

îmbinărilor sudate, în vederea corelării directe a capacităţii relative, de încărcare cu clasele de defecte, stabilite în urma aplicării controlului nedistructiv.

BIBLIOGRAFIE

1. H. Ziethe, Schweisstechnik, **10**, 466—473 (1969).
2. S. Ferušic, Materialprüfung, **2**, 66—68 (1966).
3. H. Jackwitz, G. Müller, Schweisstechnik, **12**, 549—552 (1965).
4. A. Million, N. Constantinescu, Doc. IIS/IIW, *V*-339/OF (1966).
5. J. Angres, Doc. IIS/IIW, *V*-425/OF, 1969.
6. F. Guyot, Revue de la Soudure, **1**, 3—15 (1968).

7. Y. Ishii, T. Fuji, Doc. IIS/IIW *V*-411/OE (1969).
8. * * * Soudage et techniques connexes *3/4*, 137—151 (1970).
9. TGL 10646 (1966).
10. C. Lauch, Schweisstechnik, **8**, 339—341 (1962).
11. * * * DGMSI — ISCIR—C 20—65 (1965).
12. M. Rancu, L. Tövissi, Statistica matematică cu aplicaţii în producţie, Ed. Acad. Bucureşti (1963).
13. S. Ferušic, Schweisstechnik, **11**, 509—516 (1969).
14. O. Eiro, Schweisstechnik, **10**, 461—465 (1969).
15. Y. Ishii, K. Iida, Doc. IIS/IIW *V*-421/OE (1969).
16. S. Ferušic, Materialprüfung, **9**, 331—334 (1966).

EFECTUL LUBRIFICĂRII ASUPRA DURABILITĂȚII UNOR CABLURI DE TRACȚIUNE

L. BOLEANȚU, N. NEGUȚ, E. JUNG
Institutul politehnic „Traian Vuia" Timișoara

Lucrarea cuprinde un studiu comparativ privind efectul diferitelor moduri de ungere a cablurilor asupra durabilității acestora.
S-au încercat și analizat două tipuri de cablu, pregătite fiecare în patru moduri: neuns, cu inima unsă normal, cu inima unsă normal și ungere exterioară și cu inima și lițele unse cu Elaskon II.
Contribuția lucrării constă în evidențierea efectului favorabil al lubrificării și în selecționarea unui lubrifiant optim pentru mărirea durabilității cablurilor.

1. IMPORTANȚA LUBRIFICĂRII CABLURILOR

Procesele de pe suprafața sîrmelor componente dintr-un cablu de tracțiune, care pot accelera distrugerea cablului, sînt: coroziunea de fretaj și uzura. Aceste fenomene pot fi diminuate printr-o lubrificare corespunzătoare a sîrmelor respectiv cablurilor, conducînd în final la creșterea durabilității în exploatare a cablurilor de tracțiune.

Disputa efectului lubrifiantului asupra durabilității cablului a trecut prin mai multe faze [1]. Dr. Scable prezintă un referat la o conferință ținută la Manchester în anul 1936 prin care prezintă argumente împotriva lubrificării cablurilor în timpul exploatării, susținînd că pulberea metalică de oxid roșu de fier ($\alpha - Fe_2O_3$), împreună cu lubrifiantul, formează o pastă abrazivă care accelerează procesul de uzare. Lucrările lui Rankins [1] au dovedit însă că pe suprafața unui cablu neuns sau chiar slab uns, se formează straturi superficiale de martensită, produsă de căldura degajată în urma frecării, fenomen care favorizează amorsarea ruperilor prin oboseală.

Studiile întreprinse de R. Wörnle [2] conduc la concluzia bine fundamentată că folosirea lubrifiantului mărește durabilitatea cablurilor, obținînd și unele rezultate asupra optimizării compoziției lubrifiantului, din acest punct de vedere.

Efectul lubrificării se resimte în primul rînd prin scăderea coeficientului de frecare, cu efect pozitiv asupra încălzirii cablului și asupra procesului de uzare.

Deși problema prezintă interes nu se cunosc valori ale coeficientului de frecare între sîrmele cablului, în funcție de diferiți lubrifianți. Se

cunosc rezultatele din [3] reprezentînd variația coeficientului de frecare, în funcție de forța normală de apăsare, pentru diferiți lubrifianți (fig. 1). Aceste rezultate nu pot fi transpuse la sîrmele din oțel, folosite în construcția cablurilor, cercetările efectuate referindu-se la sîrme din oțel 41Cr4, dar se constată o dependență importantă între lubrifiant și coeficientul de frecare.

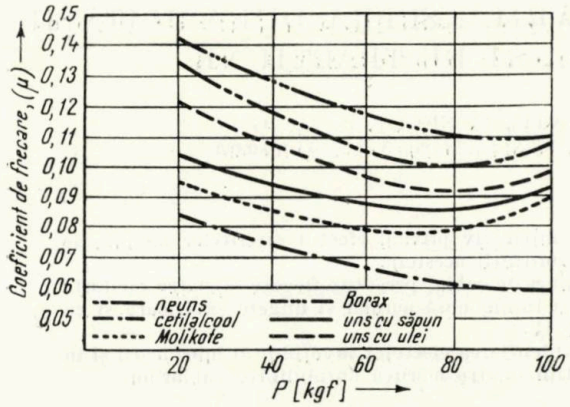


Fig. 1. — Variația coeficientului de frecare în funcție de forța normală de apăsare pentru diferiți lubrifianți.

De remarcat că există substanțe ca boraxul care poate produce un coeficient de frecare mai mare decît sîrmele nelubrificate.

2. CERCETĂRI DE DURABILITATE ASUPRA CABLURILOR ÎN DIFERITE CONDIȚII DE LUBRIFICARE

2.1. Lubrifianți

Studiul urma să stabilească eficiența lubrifiantului Elaskon II (produs R.D.G.) și lubrifiantului indigen, folosit curent în fabricile de cabluri. Aplicarea lubrifianților s-a făcut în două feluri. În varianta I cablul a fost nelubrificat. În varianta a II-a s-a lubrificat inima vegetală a cablului, iar în varianta a III-a s-a lubrificat atît inima vegetală cît și cablul întreg.

2.2. Tipul de cabluri încercate

Studiul s-a efectuat pe două tipuri constructive. Cablul „*1*" de construcție combinată, format din 6 toroane din cîte 19 sîrme cu diametrele 0,75 mm; 1,30 mm; 1,42 mm. Rezistența la rupere a sîrmelor $\sigma_r = 160$ kgf/mm^2. Diametrul cablului 16 mm (cablu SIL 16—6×19—160, STAS 1689-65). Forța de rupere a cablului a rezultat din încercarea „fir cu fir":

$$F_{r_2} = 18\,480{,}46 \text{ kgf} > F_{r\,STAS} = 14\,310 \text{ kgf}.$$

Cablul „*2*" este format din 6 toroane din cîte 7 sîrme cu diametrul de 1,2 mm. Rezistența la rupere a sîrmelor este $\sigma_r = 160$ kgf/mm^2. Dia-

metrul cablului 11 mm (cablu 11—6×7—160, STAS 1353—66). Forța de rupere a cablului a rezultat din încercarea „fir cu fir" $F_{r2} = 7\,686{,}25 > F_{rSTAS} = 6\,840$ kgf.

Tabela 1 indică tipurile de cabluri încercate, pregătirea probelor și numărul de epruvete încercate.

Tabela 1

Notarea, pregătirea și numărul epruvetelor încercate

Nr. crt.	Semnul probei	Pregătirea probei	STAS	Nr. epruvetelor pentru încercare	
				static *)	durabil **)
1	1—1	cablu neuns	Cablu SIL16-6×19—160 STAS 1689—65	1	3×3
2	1—2	cablu cu inimă unsă normal			3×3
3	1—3	cablu cu inimă unsă normal și ungere exterioară			3×3
4	1—4	cablu cu inima și lițele unse cu Elaskon II			3×3
5	2—1	cablu neuns	Cablu 11—6×7—160 STAS 1353—66	1	3×3
6	2—2	cablu cu inima unsă normal			3×3
7	2—3	cablu cu inima unsă normal și ungere exterioară			3×3
8	2—4	cablu cu inima și lițele unse cu Elaskon II			3×3
		Total probe		2	72

*) Încercarea fir cu fir.
**) Încercarea în trei trepte.

2.3. Mașini și utilaje folosite

Încercările de durabilitate s-au efectuat pe o mașină de construcție specială [4] (fig. 2). Mașina se încadrează în grupul mașinilor clasice ca parametrii cinematici și mod de solicitare a cablului, deosebindu-se de acestea prin modul de producere a mișcării alternante și prin modul de solicitare la tracțiune a epruvetei-cablu. Descrierea detaliată a instalației este redată în lucrarea [5]. Se menționează că mașina este prevăzută cu o instalație pentru înregistrarea forței de tracțiune T în funcție de timp t. Lungimea epruvetei-cablu este de 3 200 mm. Încercarea cablurilor s-a făcut la o frecvență de îndoire de 50 cicl./minut.

2.4. Programul de încercare

Diametrul rolei pe care s-a făcut încercarea s-a ales în așa fel încît raportul $\frac{D}{D+d}$ să fie aproximativ același pentru ambele cabluri. În această relație D este diametrul rolei, iar d diametrul cablului.

Pentru cablul „1" acest raport a fost 0,96, iar pentru cablul „2" a avut valoarea 0,963. Deci din punctul de vedere al încovoierii cele două cabluri au lucrat în condiții practic identice, dacă se ține seama de formula lui Releux, după care tensiunea de încovoiere, la înfășurarea unui cablu, este funcție de raportul celor doi diametrii D/d.

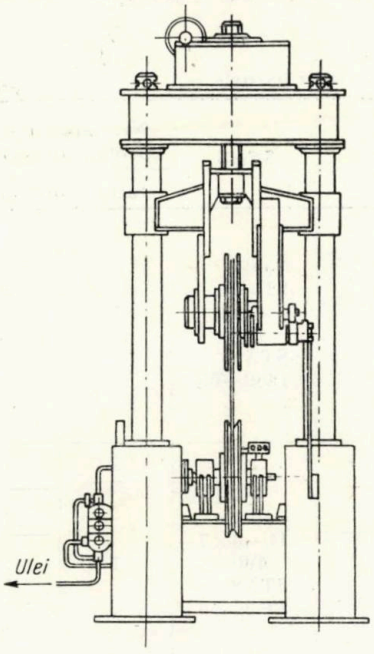


Fig. 2. — Mașina de încercat cabluri de oțel la durabilitate.

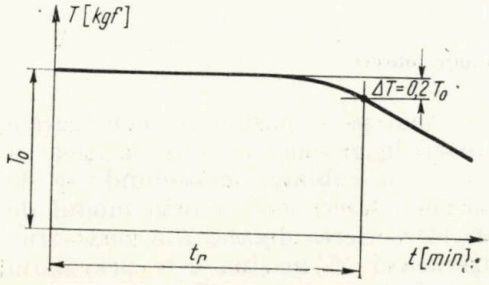


Fig. 3. — Curba forței de tracțiune în cablu (T) în funcție de timp (t).

Tracțiunea în cablu s-a ales pe baza unor coeficienți de siguranță aleși, definiți de relația $c = \frac{F_r}{T}$, unde:

F_r este forța de rupere determinată la încercarea „fir cu fir" a cablurilor;

T — forța de tracțiune efectivă din ramura de cablu.

2.5. Rezultate obținute

Durabilitatea cablurilor s-a determinat prin numărul de cicluri la îndoire, pînă la ruperea cablului. Procesul de rupere al cablului este de durată, primele sîrme rupte apărînd după primele cicluri, așa cum de altfel se întîmplă și în exploatare, fără însă să fie scos cablul din funcțiune. Criteriul admis pentru calificarea cablului drept rupt, a fost arbitrar acceptat pe baza condiției ca curba T în funcție de timp să scadă cu 20% față de valoarea inițială (fig. 3).

Pentru fiecare valoare a coeficientului de siguranță, respectiv fiecare treaptă de încărcare, caracterizat printr-o valoare constantă a tensiunii σ_i, au fost încercate cîte trei epruvete-cablu.

Rezultatele încercărilor sînt cuprinse în tabelele 2 și 3. Pentru fiecare mod de ungere s-a trasat diagrama $\sigma_i - \overline{N}$, reprezentîndu-se în aceeași diagramă valorile obținute pentru ambele cabluri (fig. 4 și 5).

Pentru o analiză statistică a rezultatelor s-au mai calculat valorile medii $\overline{N}$ și abaterea centrată maximă ($N_{max} - \overline{N}$) respectiv abaterea centrată minimă ($N_{min} - \overline{N}$).

Tabela 2

Prelucrarea rezultatelor încercărilor la durabilitate a cablului „1" SIL 16–6×19–160

$$\frac{D_1}{d_1 + D_1} = 0{,}96$$

Semnul probei	Efortul specific la tracțiune σ_t / coeficient de siguranță, c	Nr. de cicluri, p la rupere N	Media nr. de cicluri $\overline{N}$	Abaterea maximă $N_{max}-\overline{N}$	Abaterea minimă $N_{min}-\overline{N}$
1–1	27,52 / 6,4	29 051 27 372 29 901	28 775	+ 1 126	−1 403
	38,27 / 4,6	15 867 10 458 8 642	11 656	+ 4 211	−3 014
	42,84 / 4,1	10 865 10 485 11 380	10 910	+ 470	− 425
1–2	27,52 / 6,4	67 384 70 835 66 032	68 084	+ 2 751	−2 052
	38,27 / 4,6	30 360 40 838 36 755	35 984	+ 4 854	−5 624
	42,84 / 4,1	31 856 30 083 30 851	30 930	+ 926	− 847
1–3	27,52 / 6,4	69 591 73 198 59 668	67 486	+ 5 712	−7 818
	38,27 / 4,6	40 227 34 324 35 467	36 673	+ 3 554	−2 349
	42,84 / 4,1	30 740 29 380 31 082	30 401	+ 681	−1 021
1–4	27,52 / 6,4	62 400 45 375 42 606	50 127	+12 273	−7 521
	38,27 / 4,6	22 947 25 828 24 858	24 544	+ 1 284	−1 597
	42,84 / 4,1	31 720 24 948 23 268	26 645 24 108*)	+ 5 075	−3 377

* Media ultimelor două citiri.

Tabela 3

Prelucrarea rezultatelor încercărilor la durabilitate a cablului „2" 11 – 6 × 7 – 160

$$\frac{D_1}{d_1 + D_1} = 0{,}963$$

Semnul probei	Efortul specific la tracțiune σ_t / coeficient de siguranță, c	Nr. de cicluri, p. la rupere N	Media nr. de cicluri $\overline{N}$	Abaterea maximă $N_{max} - \overline{N}$	Abaterea minimă $N_{min} - \overline{N}$
2 – 1	24,84 / 6,5	10 374 12 974 10 753	11 367	+1 607	– 993
	34,63 / 4,67	6 437 7 822 7 255	7 171	+ 651	– 734
	44,84 / 3,6	5 217 4 621 4 764	4 867	+ 350	– 246
2 – 2	24,84 / 6,5	13 789 19 576 27 687	20 351	+7 336	–6 562
	34,63 / 4,67	11 357 11 203 11 058	11 206	+ 151	– 148
	44,84 / 3,6	8 483 5 133 10 451	8 022	+2 429	–2 889
2 – 3	24,84 / 6,5	18 043 23 780 24 272	22 032	+2 240	–3 989
	34,63 / 4,67	10 517 9 337 10 178	10 011	+ 506	– 674
	44,84 / 3,6	5 224 6 582 3 900	5 235	+1 347	–1 335
2 – 4	24,84 / 6,5	15 439 16 410 18 591	16 813	+1 778	–1 374
	34,63 / 4,67	9 190 8 339 10 428	9 319	+1 109	– 980
	44,84 / 3,6	4 756 5 398 4 924	5 026	+ 372	– 270

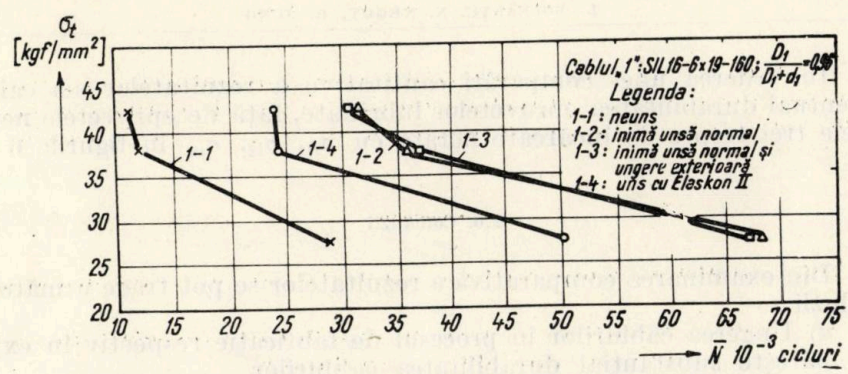

σt [kgf/mm²]
Cablul „1": SIL 16-6x19-160; D1/(D1+d1)=0,95
Legenda:
1-1 : neuns
1-2 : inimă unsă normal
1-3 : inimă unsă normal și ungere exterioară
1-4 : uns cu Elaskon II
N 10⁻³ cicluri

Fig. 4. — Diagramele comparative de durabilitate cablul „1".

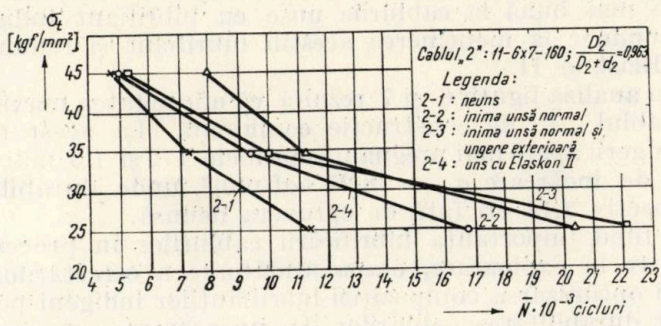


Fig. 5. — Diagramele comparative de durabilitate cablul „2".

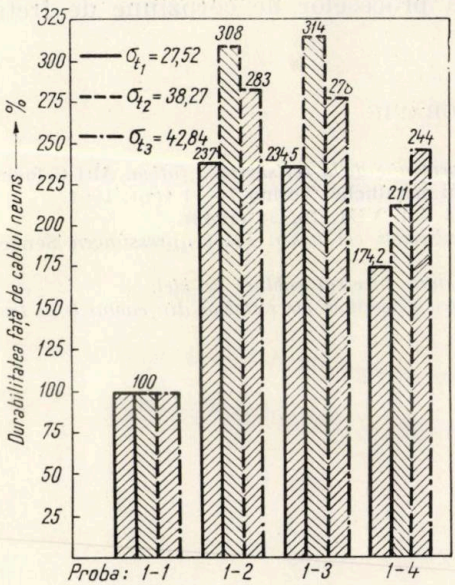


Fig. 6. — Diagrama durabilității procentuale față de proba neunsă. Cablul „1"

Proba 1−1 — neuns; 1−2 — inima unsă normal; 1−3 — inima unsă normal și ungere exterioară; 1−4 — inima și lițele unse cu Elaskon II.

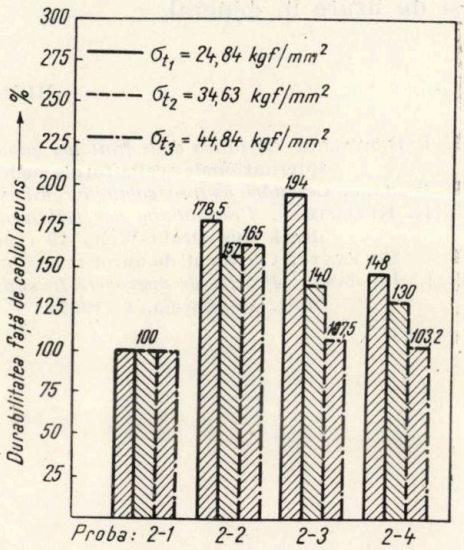


Fig. 7. — Diagrama durabilității procentuale față de proba neunsă. Cablul „2"

Proba 2−1 — neuns; 2−2 — inima unsă normal; 2−3 — inima unsă normal și ungere exterioară; 2−4 — inima și lițele unse cu Elaskon II.

În vederea unei comparări cantitative a rezultatelor s-a calculat procentual durabilitatea epruvetelor lubrifiate, față de epruvetele neunse, la cele trei trepte de încărcare notate cu σ_{t1}, σ_{t2}, σ_{t3} în figurile 6 și 7.

2.6. Concluzii

Din examinarea comparativă a rezultatelor se pot trage următoarele concluzii :

a) Ungerea cablurilor în procesul de fabricație respectiv în exploatare mărește substanțial durabilitatea cablurilor.

b) Comparînd cele trei moduri de ungere a cablurilor, rezultă o durabilitate mai bună la cablurile unse cu lubrifiant indigen. Această concluzie conduce la menținerea acestui lubrifiant și renunțarea la importul de Elaskon II.

c) Din analiza figurii 6 și 7 rezultă că eficacitatea maximă a ungerii apare la cablul „*I*" de construcție combinată. La acest cablu efectul pozitiv al ungerii apare mai pregnant la probele 1.2 și 1.3 mai ales la treapta mijlocie de încărcare $\sigma_{t2} = 38{,}27$ kgf/mm^2, unde durabilitatea crește de 3,08 respectiv 3,14 ori față de epruveta neunsă.

Dată fiind importanța lubrificării cablurilor în procesul de fabricare respectiv în exploatare, etapa următoare a cercetărilor de această natură ar fi optimizarea compoziției lubrifianților indigeni pentru a spori și mai mult durabilitatea cablurilor. La un asemenea program de cercetare ar trebui avut în vedere bisulfura de molibden, a cărei utilizare în alte domenii a condus la scăderea proceselor de coroziune de fretaj și de uzare în general.

BIBLIOGRAFIE

1. I. Bertolini, *La fatica delle funi nel quadro generalle della rezistenza a fatica.* Alti Coloquia internazionale scalla fatica delle funi metalliche, Torino 7—11 sept. 1961.
2. Wörnle, *Cercetări asupra cablurilor din sîrmă* Z.d. VDI, **76**, *23* (1943).
3. R. Kellerman, *Bestimmung des relativen Reibwertes bei hohen Flächenpressungen* Sonderdruck aus Draht-Welt, **48** (1962).
4 L. Boleanțu, Certificat de autor : *Mașină pentru încercat cabluri de oțel.*
5. L. Boleanțu, *Procese de distrugere în suprafețele de contact ale sîrmelor din cablurile de tracțiune*, Metalurgia, *9* (1967).

ANALIZA CALITĂȚII EXECUȚIEI SUDURILOR DE MONTAJ LA TABLIERUL METALIC AL PODULUI PESTE DUNĂRE DE LA GIURGENI-VADUL OII

TRAIAN SĂLĂGEAN MIRCEA RAȚIU CLARA BOARNĂ
Centrul de sudură și încercări la oboseală Timișoara.

Sînt prezentate sintetizat, rezultatele controlului calității electrozilor folosiți la sudarea tablierului metalic al podului precum și rezultatele principalelor încercări ale sudurilor de montaj. Toate rezultatele au fost analizate statistic și s-a făcut o clasificare a calității sudurilor de montaj pe poziții de sudare și tronsoane ale tablierului.
Concluzia generală a lucrării este că sudurile tablierului metalic al podului peste Dunăre de la Giurgeni — Vadul Oii au calitatea corespunzătoare scopului propus.

1. Tablierul metalic al podului peste Dunăre de la Giurgeni-Vadul Oii are 5 deschideri : 2 de 120 m și 3 de 160 m. El este compus din 5 tronsoane : 2 de 91 m, notate în cele ce urmează cu 91 G și 91 VO ; 2 de 218 m, notate în cele ce urmează cu 218 G și 218 VO și unul de 102 m, notat în cele ce urmează cu 102 C (figura 1).

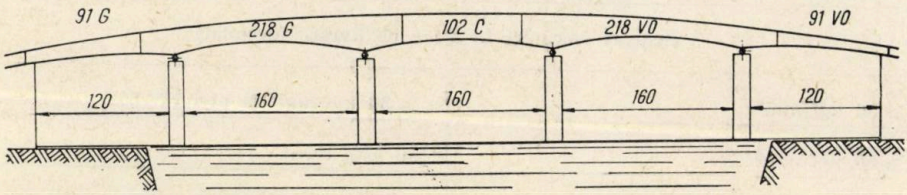


Fig. 1. — Tablierul metalic al podului peste Dunăre de la Giurgeni — Vadul Oii.

Realizarea acestor tronsoane s-a făcut pe șantierul de la Giurgeni, prin suduri de montaj. Avînd în vedere condițiile date de lucru, principalele poziții de sudare au fost :

I. orizontal manual și automat,
II. orizontal manual cu completarea rădăcinii în cornișe manual,
III. orizontal manual pe plăcuță,
IV. orizontal manual cu completarea rădăcinii pe plafon,
V. vertical manual,
VI. orizontal manual și automat pe plăcuță.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 217—225, 1971

Ca material de bază s-a folosit oțelul PD, slab aliat cu mangan avînd grăunții cristalini fini datorită microalierii sale cu vanadiu. Sudurile manuale s-au executat cu electrozii Böhler Fox EV-47.

Tablierul metalic conține circa 5 000 tone de oțel PD, inclusiv de metal depus prin sudare manuală și automată.

2. La CSIO s-au efectuat ample cercetări asupra comportării metalurgice la sudare a oțelului PD, concretizate în mai multe lucrări științifice și protocoale. Nu este cazul de a prezenta detaliat aceste cercetări. Credem însă că este util să arătăm că oțelul PD satisface cele mai exigente pretenții față de prescripțiile existente, fapt ce rezultă din tabela 1, în care este comparat cu oțelul similar HT 50 produs în S.U.A., Japonia și alte țări.

Tabela 1

Compararea oțelului PD cu oțelul HT-50

Valori garantate la oțelul PD	Valori recomandate în norme internaționale
Compoziție chimică	
$C \leqslant 0{,}18\,\%$	$\leqslant 0{,}22\,\%$
Suma elementelor de aliere $\leqslant 3{,}0\,\%$	$\leqslant 5{,}0\,\%$
P și S fiecare $\leqslant 0{,}035\,\%$	$\leqslant 0{,}035\,\%$
$Ce = C + Mn/6 + V/5 + \ldots \leqslant 0{,}45\,\%$	$\leqslant 0{,}45\,\%$
Însușiri mecanice în stare de livrare (nesudat)	
$\sigma_c \geqslant 36$ kgf/mm²	$\geqslant 36$ kgf/mm² la oțel HT-50
$\sigma_r \geqslant 50$ kgf/mm²	nu este cerut
$\delta_5 \geqslant 28\,\%$	$\geqslant 25\,\%$ la oțel HT-50
KV la $-30°C \geqslant 6$ mkgf/cm²	$\geqslant 6$ mkgf/cm², la $-15°C$ la oțel HT-50
Comportare metalurgică la sudare	
La grosimi $\geqslant 20$ mm, preîncălzire 120°C	preîncălzire 150°C la oțel HT-50
Duritate max. în ZIT $\leqslant 320$ HV 10	$\leqslant 350$ HV 10
KV la $-30°C$ în ZIT $\geqslant 12$ mkgf/cm²	$\geqslant 3{,}5$ mkgf/cm²
Tendința spre îmbătrînire $\geqslant 0{,}7$	$\geqslant 0{,}5$

Tot la CSIO s-a urmărit și calitatea electrozilor folosiți la sudarea tablierului metalic, controlîndu-se fiecare lot de electrozi. Ne-au stat la

dispoziție și rezultatele controlului loturilor de electrozi efectuat în laboratoarele firmei producătoare. În figura 2 sînt sintetizate rezultatele încercărilor de control făcute la CSIO, notate cu A, ca și rezultatele de la Böhler, notate cu B. Datele experimentale au fost prelucrate statistic și în figura 2 sînt prezentate : cîmpurile în care se plasează rezultatele individuale (dreptunghiuri), cîmpurile în care se plasează rezultatele cele mai probabile (segmente de dreaptă), mediile generale și intervalele de confidență calculate cu o încredere de 95 % (cercuri goale și

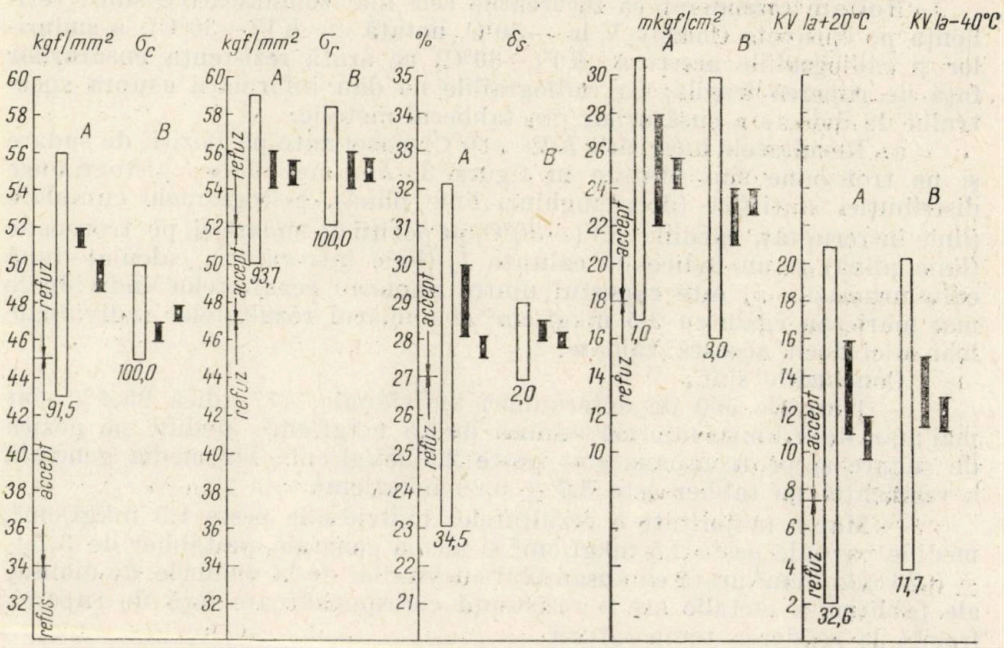


Fig. 2. — Sinteza rezultatelor obținute la controlul calității electrozilor de sudură.
A — rezultate obținute la CSIO
B — rezultate obținute la firma Böhler

segmente de dreaptă). Numerele trecute sub dreptunghiuri arată procentual cîte rezultate individuale se situiază în limitele de refuz fixate în caietul de sarcină.

Se vede că limita de curgere σ_c și rezistența la rupere σ_r se plasează peste limitele superioare fixate inițial. Restul de mărimi, judecate pe valori probabile și medii, corespund cîmpurilor de acceptare. Analizînd situația lui σ_c și σ_r, comisia de specialiști *) pentru problemele de sudură ale podului, a arătat că fenomenul semnalat nu dăunează calității sudurilor și că deci electrozii pot fi acceptați.

În concluzie afirmăm că atît metalul de bază (OL-PD) cît și electrozii folosiți (Böhler Fox EV-47) au corespuns exigențelor necesare la realizarea tablierului metalic al podului peste Dunăre.

*) Comisia de specialiști a fost formată din : dr. T. Sălăgean, dr. M. Rațiu, dr. M. Hrelescu, dr. A. Constantinescu și conf. D. Radu.

3. Calitatea sudurilor de montaj a fost urmărită prin încercări asupra unor plăci de probă, sudate în pozițiile folosite la pod de către sudorii ce efectuau sudurile de montaj. Sudarea și încercarea acestor plăci de probă s-a realizat periodic conform caietului de sarcină. Înainte de a se accepta la control destructiv, plăcile sudate erau controlate nedestructiv, trebuind să satisfacă clasele de calitate prevăzute.

Sudurile de montaj au fost controlate nedestructiv, conform procentului de examinare prevăzut în caietul de sarcini.

Noi am considerat că încercările cele mai semnificative sînt : reziliența pe epruvete Charpy V la −30°C, notată cu $KV(-30°C)$, a sudurilor și radiografiile acestora. $KV(-30°C)$ ne arată rezistența cusăturilor față de ruperea fragilă, iar radiografiile ne dau informații asupra spectrului de defecte a cusăturilor din tablierul metalic.

a. Rezultatele încercării $KV(-30°C)$ sintetizate pe poziții de sudare și pe tronsoane sînt arătate în figura 3. Aici sînt date : histogramele distribuției statistice (dreptunghiuri linie plină), histogramele cumulate (linie întreruptă), mediile $\overline{KV}(-30°C)$ pe poziții de sudare și pe tronsoane (linie plină) și un indice de calitate I_c (linie întreruptă), calculat după cum urmează : I_c este raportul dintre numărul rezultatelor individuale mai mari sau egale cu 2,5 mkgf/cm² și numărul rezultatelor individuale mai mici decît această valoare.

Concluziile sînt :

— Din cele 500 de determinări individuale, 477 adică 95,4% sînt mai mari decît limita minimă admisă de 1,5 mkgf/cm². Mediile pe poziții de sudare și pe tronsoane sînt peste 2,5 mkgf/cm², iar media generală a rezilienței pe tablier este 3,7 $\pm$ 0,26 mkgf/cm².

— Marea majoritate a rezultatelor individuale peste 1,5 mkgf/cm², mediile parțiale peste 2,5 mkgf/cm² și media generală pe tablier de 3,7 $\pm$ $\pm$ 0,26 mkgf/cm² arată că ansamblul cusăturilor de la sudurile de montaj ale tablierului metalic are o rezistență corespunzătoare față de ruperea fragilă la scăderea temperaturii.

În legătură cu figura 3 se mai pot face cîteva observații :

— Variațiile mediilor și indicelui de calitate pe poziții de sudare sînt mai mari decît variațiile acelorași mărimi pe tronsoane. Aceasta se datorește faptului că pozițiile de sudare au caracteristicile lor generate de modul operatoriu al sudării. Tronsoanele, cuprinzînd toate pozițiile de sudare, atenuează acele caracteristici.

— Faptul că sudurile IV au un indice de calitate mai bun decît sudurile V, ne-ar tenta să spunem că sudorii de la pod sudau mai bine peste cap decît vertical. Realitatea este însă că sudura peste cap era doar pentru completarea rădăcinii și deci în cusătură, majoritatea metalului provenea de la sudarea pe orizontală și nu de la sudarea peste cap. Rămîne însă o constatare cum că sudarea pe verticală poate fi în continuare îmbunătățită prin antrenarea sudorilor noștri în această poziție dificilă de sudare.

— În fine, se observă că tronsonul 91 VO are un indice de calitate net superior mediei din punctul de vedere al rezilienței la temperaturi scăzute.

b. Rezultatele controlului radiografic al cusăturilor din pod sintetizate pe poziții de sudare și pe tronsoane sînt arătate în figura 4. Sînt

date histogramele distribuției pe clase de calitate (dreptunghiuri linie plină) și indicele de calitate determinat de raportul : numărul de radiografii I și II per numărul de radiografii III, IV și suduri remediate (R).

Concluziile sînt :

— Din cele 15 521 de filme, 12 117 adică 78,0% arată clase de calitate I și II. Menționăm că în pod au fost admise în anumite poziții

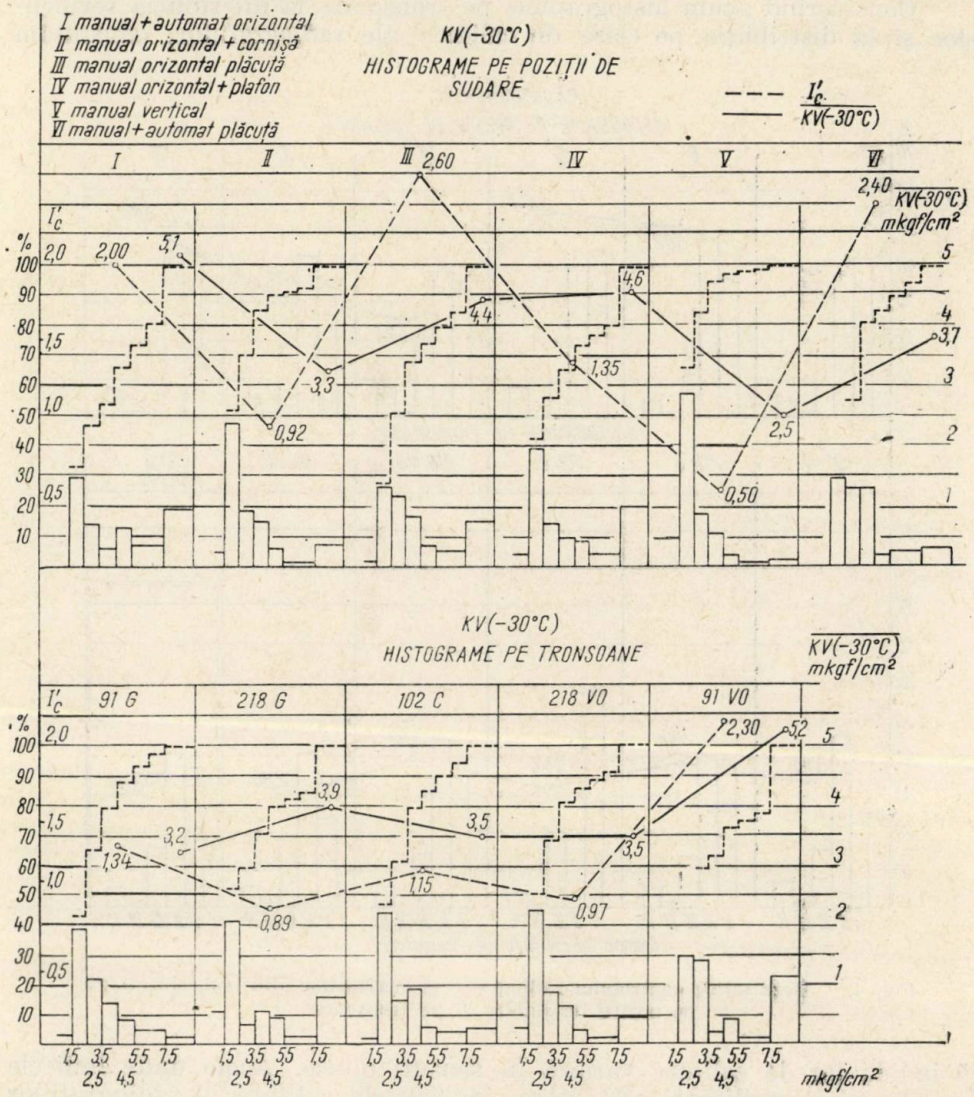


Fig. 3. — Rezultatele încercării KV (—30°C), sintetizate pe poziții de sudare și pe tronsoane.

și cusături de clasa III. La acestea, majoritatea s-au situat în clase de calitate superioară. Numai 972 adică 6,3% filme au arătat clasă de calitate IV, respectiv au arătat necesitatea unor remedieri.

— Marea majoritate a cusăturilor cu radiografii de calitatea I și II, față de cusăturile cu radiografii de calitatea IV (0,6 %) și remedierile foarte puține (5,7%), arată că ansamblul cusăturilor de la sudurile de montaj este de calitate înaltă. Spectrul defectelor din cusături se situează în cîmpul de acceptare al celor mai severe prescripții internaționale.

Considerînd acum histogramele pe tronsoane la distribuția rezilienților și la distribuția pe clase de calitate ale radiografiilor, constatăm

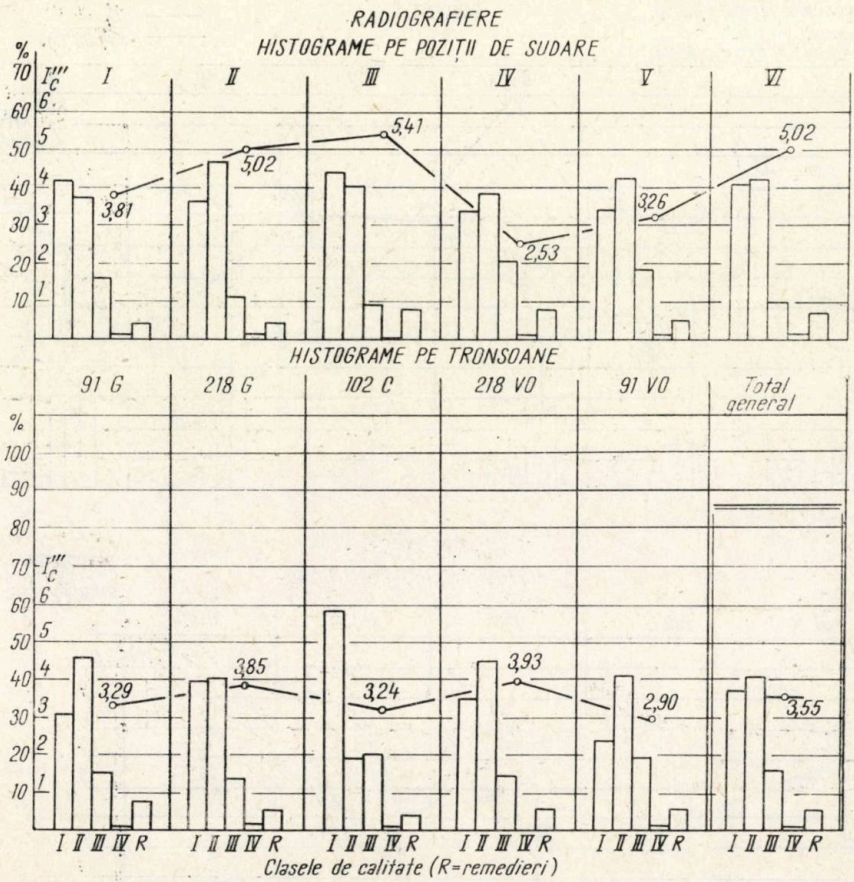


Fig. 4. — Rezultatele controlului radiografic al cusăturilor din pod, sintetizate pe poziții de sudare și pe tronsoane.

că indicii lor de calitate variază în sensuri opuse. Acolo unde indicele de calitate al rezilienței este mare, indicele de calitate al radiografiilor este mai mic și invers. Fenomenul se explică prin aceea că o rezilință mai mare se poate obține sudînd cu straturi multe. Aceasta face ca probabilitatea de a avea incluziuni de zgură sau gaze (pori) să crească, ceea ce scade clasa de calitate a radiografiilor. Invers, sudarea cu straturi puține dă cusături de calitate radiografică mai înaltă, însă nivelul rezi-

Tabela 2

Sinteza rezultatelor analizate și clasificarea calității sudurilor de montaj, pe tronsoane și pe poziții de sudare

		Rezilienţele la −30°C în mkgf/cm²								Radiografiere		Încovoiere statică			Durităţea max. în ZIT			Clasificarea generală			
		KV				KU															
		I'_c Valori individuale	C_1	Mediile	C_2	I''_c Valori individuale	C_3	Mediile	C_4	I'''_c	C_5	$\alpha \geqslant 120°$ %	$\alpha \leqslant 120°$ %	C_6	$\leqslant 300$	între 300 și 350	C_7	Nota $C_1 \ldots C_5$	C_I	Nota $C_1 \ldots C_7$	C_{II}
Tronsoanele	91G	1,34	2	3,2±0,36	5	8,00	4	10,8±2,93	4	3,29	3	99,6	0,4	3	100,0	0,0	1	7,70	4	7,93	4
	218G	0,89	5	3,9±0,96	2	7,25	5	10,2±3,76	5	3,85	2	85,0	15,0	5	80,0	20,0	2	7,60	5	7,65	5
	102G	1,15	3	3,5±0,60	4	35,00	2	11,3±3,92	3	3,24	4	100,0	0,0	1,5	100,0	0,0	1	7,90	3	8,18	3
	218VO	0,97	4	3,5±0,34	3	23,50	3	11,4±1,86	2	3,93	1	100,0	0,0	1,5	100,0	0,0	1	8,20	2	8,40	2
	91VO	2,30	1	5,2±1,08	1	TP	1	13,0±4,41	1	2,90	5	89,0	11,0	4	100,0	0,0	1	8,60	1	8,50	1
General pe tablier		1,1	—	3,7±0,26	—	16,9	—	11,3±1,28	—	3,6	—	95,6	4,4	—	97,8	2,2	—				
Poziţiile de sudare	I	2,00	3	5,1±1,00	1	20,00	3	10,9±3,40	4	3,81	4	100,0	0,0	1,5	100,0	0,0	1	8,00	2	8,35	2
	II	0,92	5	3,3±0,55	5	8,34	5	10,9±3,03	3	5,02	2,5	93,5	6,5	5	100,0	0,0	1	7,45	5	7,61	5
	III	2,60	1	4,4±0,72	3	TP	1,5	13,0±3,36	1	5,41	1	100,0	0,0	1,5	94,0	6,0	2	8,75	1	8,72	1
	IV	1,35	4	4,6±1,13	2	14,00	4	12,1±3,70	2	2,53	6	86,0	14,0	6	100,0	0,0	1	7,70	4	7,72	4
	V	0,50	6	2,5±0,22	6	7,56	6	10,5±2,76	5	3,26	5	97,2	2,8	3	93,8	6,2	2	6,70	6	7,15	6
	VI	2,40	2	3,7±0,50	4	TP	1,5	9,9±3,10	6	5,02	2,5	96,5	3,5	4	100,0	0,0	1	7,90	3	8,00	3

$I'_c = \frac{\text{nr. rezultatelor} \geqslant 2,5}{\text{nr. rezultatelor} < 2,5}$

$I''_c = \frac{\text{nr. rezultatelor} \geqslant 5,0}{\text{nr. rezultatelor} < 5,0}$

$I'''_c = \frac{\text{nr. radiografii I și II}}{\text{nr. radiografii III și IV}}$

C_1 = clasificarea după I'_c

C_2 = clasificarea după medie

C_3 = clasificarea după I''_c

C_4 = clasificarea după medie

C_5 = clasificarea după I'''_c

C_6 = clasificarea după α

C_7 = clasificarea după valorile $\leqslant$ 300 HV 10

TP = toate rezultatele peste limita minimă

C_I = clasificarea generală după clasificările 1...5

C_{II} = clasificarea generală după toate clasificările

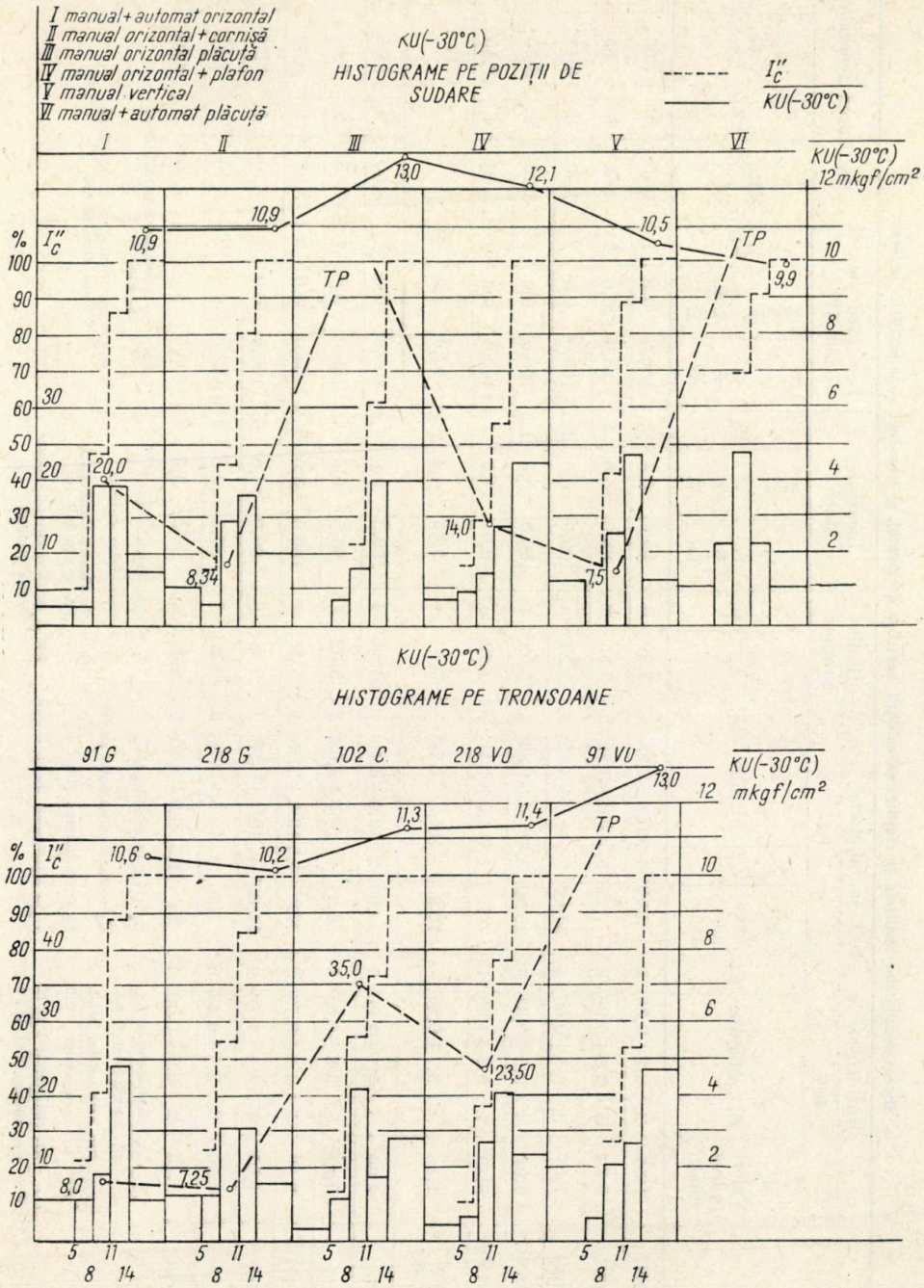


Fig. 5. — Rezultatele încercării $KU(-30°C)$, sintetizate pe poziții de sudare și pe tronsoane.

lienţei scade. Din acest motiv, la stabilirea cîmpurilor de acceptare-refuz pentru rezilienţă şi pentru clasa de calitate radiografică, trebuie avută în vedere variaţia inversă a acestora. De fenomenul amintit trebuie să se ţină seama şi la stabilirea tehnologiei de sudare.

Rezultatele obţinute la determinările de rezilienţă şi la controlul radiografic au format baza convingerii noastre că sudurile de montaj ale tablierului metalic de la podul peste Dunăre au fost bine executate. Au rezultat cusături rezistente faţă de ruperea fragilă la scăderea temperaturii. În acelaşi timp cusăturile au un nivel de defecte mult sub limitele cele mai pretenţioase.

4. Folosind plăcile de probă s-au făcut şi alte determinări, care, în ansamblul lor, confirmă concluzia de la punctul *3.*

a. Rezilienţa la —30°C pe epruvete DVM, notată cu KU (—30°C), arată rezultate foarte bune (figura 5). Din cele 304 de determinări individuale numai 17, adică 5,6 %, au dat rezultate sub 5,0 mkgf/cm². Trebuie observat însă că între indicele de calitate KV(—30°C) şi indicele de calitate KU(—30°C) nu există o corelaţie consistentă. Faptul este firesc, fiindcă epruvetele respective au concentratori diferiţi, evidenţiind aspecte diferite ale mecanismului ruperii.

b. Durităţile maxime sub cordon au fost, în majoritatea lor, sub 300 HV10 adică mult sub limita admisă de 350 HV10. Numai 2,2% din totalul durităţilor maxime măsurate s-au situat între 300 şi 350 HV10. Acest fapt atestă că în ZIT, transformările structurale nu au dus la formarea unei cantităţi semnificative de constituenţi fragili.

c. Deşi electrozii folosiţi au dat un metal de adaus cu σ_r peste limita maximă iniţial stabilită, rezistenţa la rupere a cusăturilor σ'_r nu a depăşit cîmpul de acceptare fixat între 55 şi 71,3 kgf/mm².

d. S-au obţinut de asemenea rezultate plasate în cîmpul de acceptare şi la încercarea de încovoiere statică a sudurilor.

5. Toate încercările descrise au fost sintetizate în tabela 2. Pe baza lor am încercat să facem o clasificare a calităţii sudurilor de montaj pe tronsoane şi pe poziţii de sudare. Am folosit următoarea metodă: am clasificat tronsoanele, respectiv poziţiile de sudare, după valoarea indicilor de calitate la fiecare încercare în parte. Au rezultat clasificările notate cu $C_1 \ldots C_7$. Fiecărui loc în ordinea de clasificare i-am acordat un calificativ sub formă de notă astfel:

poziţia	nota
1	9,0
2	8,5
3	8,0
4	7,5
5	7,0
6	6,5

Am calculat apoi mediile odată pentru clasificările $C_1 \ldots C_5$ şi altă dată pentru toate clasificările.

Conform acestei metode, ordinea tronsoanelor pe nivelul descrescător al calităţii sudurilor de montaj este:

$$91VO - 218VO - 102C - 91G - 218G$$

iar ordinea poziţiilor de sudare:

III—I—VI—IV—II—V.

Concluzia generală a lucrărilor efectuate este că sudurile tablierului metalic al podului peste Dunăre de la Giurgeni — Vadul Oii au calitatea corespunzătoare scopului propus.

CERCETĂRI PRIVIND COMPORTAREA METALURGICĂ LA SUDARE A UNOR OȚELURI SLAB ALIATE FABRICATE ÎN R. S. ROMÂNIA

TRAIAN SĂLĂGEAN, CLARA BOARNĂ, DORIN DEHELEANU, EMERIC TRINGL, ROMEO POPESCU

Centrul de sudură și încercări la oboseală Timișoara

Lucrarea cuprinde rezultatele cercetărilor efectuate privind aprecierea comportării metalurgice la sudare a trei oțeluri slab aliate elaborate la Centrala Siderurgică Galați și anume: OL52, FB50AK, 19Mn5. Este prezentată metodica de cercetare adoptată pentru determinarea dependenței dintre parametrii de sudare și însușirile mecanice și metalurgice ale zonei influențate termic. Planul de cercetare experimental a cuprins determinarea următoarelor caracteristici, pentru fiecare oțel și regim de sudare studiat: tendința spre îmbătrînire, tendința spre fisurare, tendința de creștere a grăuntelui cristalin, duritatea maximă sub cordon, unghiul de încovoiere statică, rezilienta (pe epruvete Charpy și Mesnager, la diferitele temperaturi de încercare). Lucrarea cuprinde recomandările care s-au făcut pentru fiecare oțel, în vederea îmbunătățirii comportării lui metalurgice la sudare și se dau cifrele de garantare a sudabilității lor.
În încheiere se face o comparare, din punctul de vedere al comportării metalurgice la sudare, a celor trei oțeluri studiate.

1. Oțelurile slab aliate cu rezistență mare au fost elaborate începînd din anii 1939—1941, [1], [2], [3], cu scopul de a dispune de oțeluri cu comportare metalurgică la sudare bună și cu însușiri mecanice superioare oțelurilor nealiate cu conținut scăzut în carbon. S-a ajuns la o clasă de oțeluri sudabile avînd limita de curgere între 32 și 100 kgf/mm², chiar la temperaturi de —50°C. Se apreciază [4], [5] că față de o construcție similară din oțel nealiat cu conținut scăzut în carbon, construcția sudată din oțel slab aliat cu rezistență mare poate fi cu 30...60% mai ușoară, fapt care justifică larga utilizare a oțelurilor slab aliate cu rezistență mare pe plan internațional.

Din punctul de vedere al compoziției chimice, oțelurile slab aliate cu rezistență mare se caracterizează prin:

C $\leqslant$ 0,25%; oricare din celelalte elemente de aliere $\leqslant$ 2,0%; suma tuturor elementelor de aliere $\leqslant$ 5,0%. Elementele de aliere cele mai

folosite (în ordinea frecvenţei descrescătoare) şi limitele între care variază conţinuturile lor sînt :

C :0,12...0,22 %
Si :0,25...0,65 %
Mn :0,60...1,55 %
Ni :1,00...1,50 %
Cr :0,20...1,30 %
Mo :0,40 %
V :0,15 %
B :0,005 %
Zr :0,15 %
S : $\leqslant$ 0,035 %
P : $\leqslant$ 0,035 %

Din punctul de vedere al tratamentului termic, oţelurile slab aliate cu rezistenţă mare se împart în două subclase :

— oţeluri *non-QT*, la care însuşirile mecanice se îmbunătăţesc numai datorită alierii şi care se livrează în stare laminată, sau normalizată după laminare ;

— oţeluri *QT*, la care însuşirile mecanice cresc atît datorită alierii cît şi datorită unui tratament de călire + revenire, aplicat imediat după laminare.

Oţelurile *non-QT* se produc pînă la rezistenţe de rupere de 65 kgf/mm^2. Peste această limită nivelul necesar de aliere creşte într-o măsură dăunătoare comportării metalurgice la sudare. Avantajul oţelurilor *non-QT* este că ele se pot prelucra la cald fără diminuarea însuşirilor mecanice. La sudare ele nu prezintă fenomenul de înmuiere în zona influenţată termic. Oţelurile *QT* se produc pentru rezistenţe la rupere de la 60 kgf/mm^2 pînă la 150 kgf/mm^2, caracterizîndu-se prin rezilienţe considerabile şi comportare la sudare bună. Ele însă nu pot fi prelucrate la cald, decît dacă după prelucrare se reface structura prin tratamentul *QT*. La sudare ele prezintă fenomenul de înmuiere în zona influenţată termic.

2. În lucrarea de faţă se prezintă cercetările efectuate privind comportarea metalurgică la sudare a trei oţeluri elaborate la Centrala siderurgică Galaţi şi destinate construcţiilor sudate. Cele trei oţeluri studiate au fost : OL52, FB5OAK şi 19Mn5. Ţinînd seama de cele prezentate la punctul 1, toate cele trei oţeluri se pot încadra în clasa oţelurilor slab aliate cu rezistenţă mare, subclasa *non-QT*.

În tabela 1 sînt prezentate compoziţiile chimice prescrise şi reale ale celor trei oţeluri [6], [7], [8], [9], [10]. Compoziţiile chimice reale corespund analizelor chimice efectuate la Centrul de sudură şi încercări la oboseală a MICM (CSIO) şi la Centrala siderurgică Galaţi (CSG), pentru tablele folosite la experimentări.

În calcule s-a folosit compoziţia chimică reală cu valorile la limitele superioare, notată cu *CChR* şi compoziţia chimică prescrisă cu valorile tot la limitele superioare, notată cu *CChP*. În acest fel, concluziile trase privind comportarea metalurgică la sudare (CMS) a celor trei oţeluri studiate se pot considera acoperitoare. Din acest punct de vedere, s-a recomandat ca, pe măsură ce există date tot mai bogate asupra compoziţiei chimice a oţelurilor elaborate la CSG, să se determine

Tabela 1

Compozițiile chimice prescrise și reale ale celor trei oțeluri studiate

Elementul	OL 52		FB 50AK		19 Mn5	
	Prescripții %	Real %	Prescripții %	Real %	Prescripții %	Real %
C	⩽0,20	0,18...0,20	⩽0,18	0,16...0,19	0,17...0,23	0,19...0,20
Mn	1,05...1,55	1,43...1,53	1,00...1,60	1,18...1,36	1,00...1,30	1,24...1,25
Si	⩽0,50	0,33	⩽0,50	0,26...0,37	0,40...0,60	0,49...0,50
S	⩽0,040	0,012...0,016	⩽0,030	0,011...0,015	⩽0,050	0,016
P	⩽0,040	0,019	⩽0,030	0,015...0,024	⩽0,050	0,021...0,024
Cr	—	—	—	0...0,02	⩽0,03**)	0...0,03
Ni	—	—	—	—	—	0...0,02
V	⩽0,15	0,093	⩽ 0,10	0,088...0,110	—	—
Cu	—	—	—	0...0,043	—	0,01
Al	⩽0,025	0,016...0,020	*)	urme	—	0,044
N	—	—	~0,015	—	—	—

*) adaus pentru finisarea grăunților și ameliorarea tendinței spre îmbătrînire

**) Cr maxim 0,30%, dar nu este obligatoriu să existe.

compozițiile lor chimice cele mai probabile și limitele reale ale intervalului de variație pentru fiecare element de aliere. Cu aceste date, calculele se vor putea continua, folosind compoziția chimică cea mai probabilă și limitele ei de variație. Cu rezultatele obținute se vor stabili graficele de control statistic, al calității oțelurilor din punctul de vedere al *CMS*.

Comparînd prescripțiile pentru compoziția chimică a celor trei oțeluri se observă următoarele:

— conținutul de carbon e minim (0,18 %) la oțelul FB5OAK și maxim (0,23 %) la oțelul 19Mn5;

— conținutul de mangan nu diferă semnificativ la oțelurile OL52 și FB5OAK și scade față de acestea la oțelul 19Mn5;

— conținutul de siliciu are aceeași limită superioară la oțelurile OL52 și FB5OAK (0,50 %) și o limită superioară ceva mai mare (0,60%) la oțelul 19Mn5;

— limitele maxime admise pentru sulf și fosfor sînt cele mai mici la oțelul FB5OAK (0,030 %) și cele mai mari la oțelul 19Mn5 (0,050%);

— la oțelurile OL52 și FB5OAK, prescripțiile prevăd în compoziția lor chimică și vanadiu;

— suma elementelor de aliere, inclusiv carbonul, considerate fiecare la limita maximă, are următoarele valori:

OL 52 ...2,425 %;
FB5OAK ...2,380 %;
19Mn5 ...2,130 %;

la oţelul 19Mn5 nu s-a luat în considerare conţinutul de crom, prezenţa lui nefiind obligatorie;

— carbonul echivalent, calculat cu relaţia [4]:

$$C_e = C + \frac{Mn}{9} + \frac{V}{10} + \frac{Cr}{20} + \frac{Mo}{8} + \frac{Cu}{30} + \frac{Ni}{40} \qquad (1)$$

în care s-au luat în considerare limitele maxime pentru fiecare element, are următoarele valori pentru cele trei oţeluri:

OL 52 ...0,387 %;
FB5OAK ...0,368 %;
19Mn5 ...0,374 % (fără luarea în considerare a conţinutului de Cr).

Dacă acordăm celor trei oţeluri clasificări, din punctul de vedere al conţinutului de C, al conţinutului de S+P şi al carbonului echivalent C_e, obţinem situaţia din tabela 2. Clasificarea s-a făcut acordînd fiecărui

Tabela 2

Clasificarea celor trei oţeluri studiate din punctul de vedere al compoziţiei chimice prescrise

Factorul studiat / Oţelul	%C	$\%C_e$	%(S + P)	Clasificarea generală medie
OL52	2	3	2	2,33
FB50AK	1	1	1	1,00
19Mn5	3	2	3	2,66

oţel o cifră 1...3, cifra 1 reprezentînd oţelul cel mai bun din punctul de vedere al *CMS*.

Comparînd compoziţiile chimice reale ale celor trei oţeluri se observă următoarele:

— din punctul de vedere al limitelor inferioare, variaţia conţinutului de carbon de la un oţel la altul respectă aceeaşi ordine ca în cazul prescripţiilor; între limitele superioare nu există diferenţe semnificative pentru cele trei oţeluri;

— conţinutul de mangan este maxim la oţelul OL52 şi minim la oţelul 19Mn5;

— conţinutul de siliciu nu diferă semnificativ la oţelurile OL52 şi FB50AK şi creşte faţă de acestea la oţelul 19Mn5;

— conţinutul de sulf şi fosfor nu diferă semnificativ de la un oţel la altul fiecare fiind, la toate cele trei oţeluri, sub 0,030 %;

— suma elementelor de aliere, inclusiv carbonul, considerate fiecare la limita superioară, are următoarele valori :

OL52 ...2,173 %;
FB50AK ...2,093 %;
19Mn5 ...2,054 %;

— carbonul echivalent, calculat cu relația (1), cu luarea în considerare tot a limitelor superioare, are valorile :

OL52 ...0,379 %;
FB50AK ...0,354 %;
19Mn5 ...0,341 %.

Făcînd aceleași clasificări ca și în cazul compozițiilor chimice prescrise, se obține situația din tabela 3. Se observă că ordinea clasificărilor oțelurilor este aceeași ca și în cazul compozițiilor chimice prescrise *CChP*.

Tabela 3

Clasificarea celor trei oțeluri studiate din punctul de vedere al compoziției chimice reale

Factorul udiat / Oțelul	%C	%C	%(S + P)	Clasificarea generală medie
OL52	2	3	1	2,00
FB50AK	1	2	2	1,66
19Mn5	3	1	3	2,33

3. *CMS* a oțelurilor este determinată de reacția lor față de fenomenele cauzate de procesul de sudare. Această reacție se produce în zona influențată termic (notată prescurtat în cele ce urmează cu *ZIT*), în care au loc încălziri și răciri după cicluri termice nestaționare, deformări plastice locale și, în măsură mai redusă, difuzii de gaze. Toate aceste procese determină, la oțelurile *non-QT*, o scădere a plasticității în *ZIT*. Toate încercările mecanice pe baza cărora se apreciază *CMS* a oțelurilor, au drept scop fundamental, estimarea măsurii în care s-a redus plasticitatea în *ZIT*. Diminuarea plasticității este apoi comparată cu valorile critice de acceptabilitate, adică cu acele valori, care limitează fenomenul în domenii care asigură securitatea construcției sudate. Scăderea plasticității oțelurilor în *ZIT* este o urmare a următoarelor fenomene care însoțesc în această zonă, procesul de sudare : modificări structurale, îmbătrîniri tenso-termice, precipitări micro- și submicroscopice. Fragilizarea oțelurilor în *ZIT* se manifestă prin creșterea însușirilor de rezistență și scăderea însușirilor de plasticitate.

Cercetarea *CMS* a celor trei oțeluri menționate (OL52, FB50AK și 19Mn5) a folosit drept estimatori ai fenomenelor arătate următoarele : îmbătrînirea artificială, tendința spre fisurație, duritatea maximă sub cordon, reziliența și unghiul de încovoiere statică. În cele ce urmează se prezintă rezultatele obținute pentru cele trei oțeluri studiate.

4. Aprecierea tendinţei spre îmbătrînire a celor trei oţeluri s-a efectuat prin determinarea rezilienţei lor în stare de livrare şi după o îmbătrînire artificială. Reziliența s-a determinat pe epruvete Mesnager, temperatura de încercare fiind + 20°C. Îmbătrînirea artificială s-a realizat prin o deformare plastică la rece $\delta = 10\%$, urmată de o încălzire la temperatura de 300°C timp de 1,5 ore şi o răcire în aer liniştit. S-a considerat că oţelul are o tendinţă spre îmbătrînire periculoasă dacă raportul dintre rezilienţa după îmbătrînire artificială KU şi rezilienţa oţelului în stare de livrare KU_0 este mai mic sau egal cu 0,5. Cu alte cuvinte, dacă :

$$\frac{KU}{KU_0} \leqslant 0{,}5$$

s-a considerat că oţelul are o tendinţă spre îmbătrînire periculoasă.

În tabela 4 sînt date rezilienţele medii ale celor trei oţeluri, în stare de livrare şi după îmbătrînire artificială respectiv valorile raportului $\overline{KU}/\overline{KU_0}$. Valorile medii sînt însoţite de limitele lor de confidenţă,

Tabela 4

Clasificarea celor trei oţeluri studiate din punctul de vedere al tendinţei spre îmbătrînire

Oţelul	$\overline{KU_0}$ (+20°C)	$\overline{KU}$ (+ 20°C)	$\overline{KU}/\overline{KU_0}$	Cifra de clasificare
OL52	24,55∓0,88	18,10∓0,21	0,737	3
FB50AK	29,0∓1,09	24,90∓0,64	0,858	1
19Mn5	23,4∓3,08	19,5∓0,85	0,833	2

calculate cu o încredere $\gamma = 95\ \%$. Tabela cuprinde şi cifrele de clasificare a celor trei oţeluri din punctul de vedere al tendinţei spre îmbătrînire. Se observă că cea mai bună comportare o are oţelul FB50AK şi cea mai slabă oţelul OL52. Menţionăm însă că la niciunul din cele trei oţeluri nu s-a constatat o tendinţă periculoasă spre îmbătrînire, raportul $\overline{KU}/\overline{KU_0}$ fiind în toate cazurile mai mare decît 0,7.

5. Tendinţa spre fisuraţie se poate cerceta cu metode variate, care se deosebesc între ele prin considerarea diferită a fenomenului de iniţiere a fisurii. Astfel, se poate cerceta fisurarea la cristalizare, fisurarea întîrziată şi fisurarea la temperaturi scăzute. În cazul celor trei oţeluri studiate am considerat că rezilienţa pe epruvete Charpy V (KV) este o măsură a rezistenţei oţelului faţă de fisurarea la temperaturi scăzute şi, de aceea, am apreciat numai tendinţa spre fisurare la cristali-

zare și întîrziată. Aprecierea respectivă s-a făcut cu ajutorul parametrului de fisurare P_c, definit cu relația [4]:

$$P_c = C + \frac{Si}{30} + \frac{Mn}{20} + \frac{Cu}{20} + \frac{Ni}{60} + \frac{Cr}{20} + \frac{Mo}{15} + \frac{V}{10} + 5\,B + \frac{\delta\ (mm)}{600} + \frac{H\ (cc/100\ gr)}{60}. \quad (2)$$

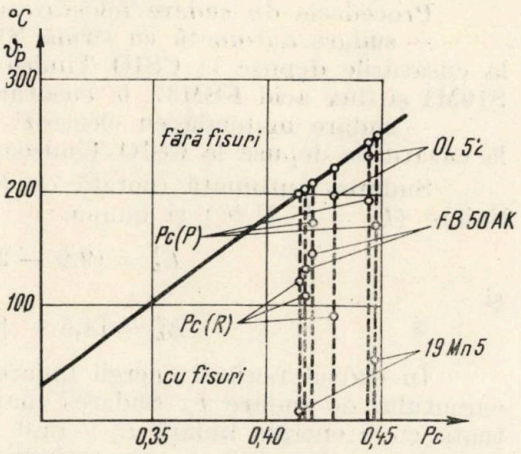


Fig. 1. — Temperatura de preîncălzire în funcție de parametrul de fisurație P_c, pentru care tendința spre fisurare tinde la zero [4] și valorile rezultate pentru oțelurile fabricate în R. S. România.

Se observă că P_c include efectele compoziției chimice, marcînd în mod special conținutul de hidrogen și grosimea tablelor, ceea ce coreleaza fenomenul cu condițiile de răcire. În calcule s-a folosit atît compoziția chimică CChR, determinînd parametrul de fisurare $P_c(R)$, cît și compoziția chimică CChP, determinînd parametrul $P_c(P)$. Tablele folosite la experimentări au avut grosimea $\delta = 20$ mm. Valoarea extremă a conținutului de hidrogen în *ZIT* am admis-o de 6 cm³/100 g. Cu valorile obținute pentru parametrul de fisurare, s-au determinat cu ajutorul diagramei de fisurație din figura 1, temperaturile minime de preîncălzire pentru care tendința spre fisurare în *ZIT* a celor trei oțeluri tinde spre zero.

În tabela 5 sînt date valorile parametrului P_c, temperaturile minime de preîncălzire corespunzătoare și cifrele de clasificare, din acest punct de vedere a celor trei oțeluri studiate.

Tabela 5

Clasificarea celor trei oțeluri studiate din punctul de vedere al tendinței spre fisurare la cristalizare și întîrziată

Oțelul	$P_c(R)$	$P_c(P)$	Tem. de preînc., °C conform lui $P_c(R)$	Temp. de preînc., °C conform lui P_c (P)	Cifra de clasificare conf. $P_c(R)$	Cifra de clasificare conf. $P_c(P)$	Cifra de clasificare medie
OL52	0,4306	0,4451	230	250	3	2	2,5
FB50AK	0,4177	0,4199	210	210	2	1	1,5
19Mn5	0,4148	0,4483	210	260	1	3	2,0

6. Duritatea maximă sub cordon a fost măsurată la suduri realizate prin depunerea unei singure cusături pe plăci cu grosimea de 20 mm (OL52 şi FB50AK), respectiv 25 mm (19Mn5). În felul acesta ne-am situat în condiţiile cele mai defavorabile, fiindcă la o sudare de îmbinare realizată prin mai multe treceri, condiţiile de răcire în *ZIT* sînt mai puţin severe decît la depunerea unei singure cusături.

Depunerile cusăturilor s-au efectuat în sens transversal (notat cu *T*) şi longitudinal (notat cu *L*) faţă de direcţia de laminare a plăcilor.

Procedeele de sudare folosite au fost următoarele :

— sudare automată cu sîrmă S10M1 şi flux bazic (ARCOS 2 M), la cusăturile depuse la CSIO Timişoara şi sudarea automată cu sîrmă S10M1 şi flux acid FSM37, la cusăturile depuse la CS Galaţi ;

— sudare manuală cu electrozi Böhler EV47 şi Supercito Buzău, la cusăturile depuse la CSIO Timişoara.

Sudarea automată (notată cu *SA*) a fost făcută cu două energii liniare ($E_L = I_s . U_a/v_s$) şi anume :

$$E_L^1 = 19{,}0 - 21{,}0 \text{ kJ/cm}$$

şi

$$E_L^2 = 14{,}5 - 16{,}0 \text{ kJ/cm}.$$

În cadrul fiecărei energii liniare s-au folosit mai multe valori ale curentului de sudare I_s. Sudarea manuală (notată cu *SM*) a fost efectuată cu o energie liniară $E_L = 14{,}0 - 16{,}0$ kJ/cm şi un curent de sudare $I_s = 165 - 180$ A, respectîndu-se regimul de sudare prescris de producătorul de electrozi.

Măsurătorile de duritate au fost efectuate cu metoda Vickers şi sarcina de 10 kgf (HV10), în *ZIT* şi în cusătură. Pentru fiecare procedeu şi regim de sudare s-au prelevat cîte trei probe pentru măsurători de duritate (de la începutul, mijlocul şi sfîrşitul cusăturii). Pe fiecare probă s-a măsurat duritatea în cîte 24 de puncte (5 în metalul de bază, neafectat de ciclul termic de la sudare, 5 în cusătură şi 14 în *ZIT*).

Rezultatele obţinute au permis tragerea următoarelor concluzii :

— La *SA* se observă o creştere a durităţii maxime în *ZIT* la scăderea energiei liniare pentru I_s = constant şi de asemenea o creştere a durităţii maxime în *ZIT*, o dată cu scăderea curentului de sudare, la energie liniară constantă. Creşterile cele mai mari s-au semnalat la oţelul 19Mn5 (68 unităţi HV10) şi cele mai mici la oţelul FB50AK (16 unităţi HV10). În ceea ce priveşte duritatea maximă a metalului cusăturii, nu s-au observat diferenţe semnificative între diferitele regimuri de sudare şi oţeluri studiate.

— La *SM*, regimul de sudare fiind prescris de producător, nu s-au studiat efectele variaţiei energiei liniare şi a curentului de sudare, ele, neavînd semnificaţie practică. În general se observă că durităţile maxime în *ZIT* sînt mai mari la *SM* decît la *SA*.

—Comparînd cele trei oţeluri, se observă că între durităţile metalului de bază nu sînt diferenţe semnificative, iar creşterile de duritate în *ZIT*, faţă de metalul de bază, sînt maxime la oţelul 19Mn5. Astfel la sudarea automată a oţelului 19Mn5 s-au măsurat durităţi maxime peste 350 unităţi HV10 în cazul a trei probe (din totalul de 36 probe)

durității maxime între 300 și 350 unități HV10 în cazul a 8 probe; n cazul oțelului OL52 nu s-a măsurat nici o duritate peste 300 HV10, iar în cazul oțelului FB50AK una singură între 300 și 350HV10. La sudarea manuală, cele mai multe probe cu duritate maximă peste 300HV10 au fost înregistrate la oțelul 19Mn5 și cele mai puține la OL52. În tabela 6 sînt sintetizate aceste situații, acordîndu-se cea mai bună clasificare (cifra 1), oțelului cu cele mai puține probe avînd duritatea maximă peste 300 HV10.

Tabela 6

Clasificarea celor trei oțeluri studiate din punctul de vedere al durităților maxime măsurate

Oțelul	Procedeul de sudare	Nr. de probe cu duritatea în ZIT (HV 10):			Cifra de clasificare
		300...350	>350	Total peste 300	
OL52	SA	—	—	6	1
	SM	6	—		
FB50AK	SA	1	—	10	2
	SM	8	1		
19Mn5	SA	8	3	23	3
	SM	4	8		

— Atît la *SA* cît și la *SM*, durităţile maxime în *ZIT* corespunzînd punctelor plasate pe linia de fuziune dintre metalul de bază și metalul depus.

— Durităţile maxime sub cordon nu variază semnificativ cu poziţia cusăturii față de direcţia de laminare a tablelor și față de locul de prelevare al epruvetelor.

7. Duritatea maximă sub cordon poate fi estimată, în funcţie de compoziţia chimică a oțelului cu relaţia [4]:

$$HM = 666\left(C + \frac{Mn}{6} + \frac{Si}{24} + \frac{V}{14} + \frac{Ni}{40} + \frac{Cr}{5} + \frac{Mo}{4}\right) + 40. \qquad (3)$$

Folosind compoziţiile chimice CChP, CChR și rezultatele analizei chimice efectuate la CSIO s-au obţinut rezultatele prezentate în tabela 7.

În figura 2 se arată durităţile maxime *HM* măsurate pe o gamă largă de oțeluri slab aliate cu rezistenţă mare, în funcţie de carbonul echivalent calculat cu relaţia [4]:

$$C'_e = C + \frac{Mn}{6} + \frac{Si}{24} + \frac{V}{14} + \frac{Ni}{40} + \frac{Cr}{5} + \frac{Mo}{4}. \qquad (4)$$

Linia plină este dreapta de regresie $HM = f(C'_e)$, iar liniile întrerupte sînt limitele de confidenţă ale regresiei. Durităţile maxime ale

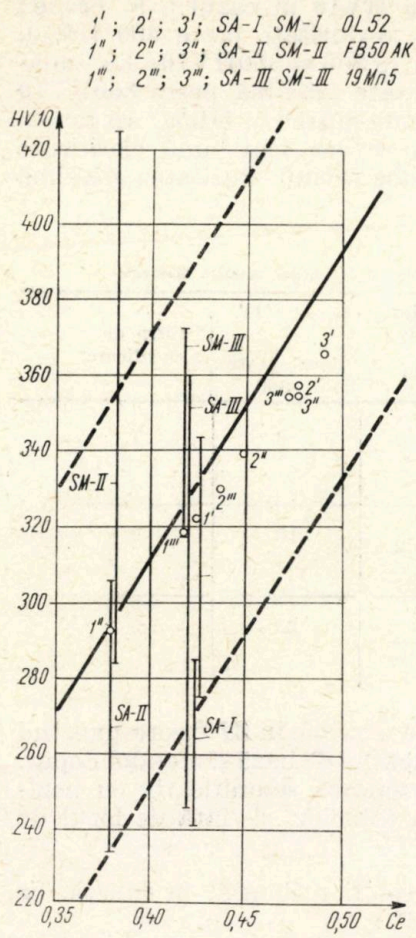


Fig. 2. — Duritatea maximă sub cordon în funcţie de carbonul echivalent [4] şi rezultatele obţinute cu oţelurile fabricate în R. S. România.

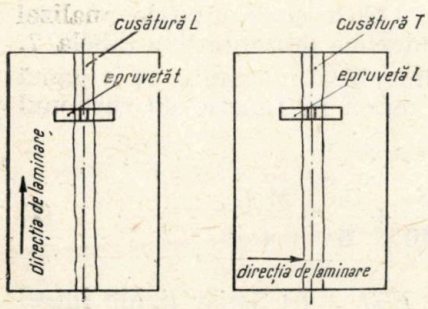


Fig. 3. — Modul de prelevare al epruvetelor la în cercarea de rezilienţă.

celor trei oţeluri, determinate cu relaţia (3) apar în figura 2 prin punctele : $1-1'-1''$ pentru HM(CSIO) ; $2-2'-2''$ pentru $HM(R)$ şi $3-3'-3''$ pentru $HM(P)$. Se observă că toate punctele se află între limitele regresiei. Valorile HM măsurate apar în figură ca domenii : SA pentru sudurile automate şi SM pentru sudurile manuale (I—OL52 ; II-FB50AK şi III-19Mn5).

8. Cercetarea rezilienţei în ZIT a celor trei oţeluri a fost efectuată în următoarele două situaţii :

8.1. S-au depus automat cusături în sensul de laminare al tablelor (cusături L) şi perpendicular pe sensul de laminare (cusături T), folosind table cu grosimea de 20 mm în cazul oţelurilor OL52 şi FB50AK respectiv de 25 mm în cazul oţelului 19Mn5. Energia liniară cu care s-au făcut depunerile a fost de 20 000 Joule/cm, iar curenţii de sudare au avut valorile : 450 ; 525 ; 600 ; 675 şi 750 A. Depunerile s-au efectuat la CSG cu sîrmă S10M1 şi flux acid. S-au prelevat atît epruvete KV cît şi epruvete KU, cu fundul crestăturii plasat în ZIT. Din cauza modului de prelevare al epruvetelor (figura 3), cusăturile T au condus la epruvete de rezilienţă longitudinale (notate cu l), iar cusăturile L la epruvete de rezilienţă transversale (notate cu t). Încercînd toate aceste epruvete la +20°C şi prelucrînd statistic rezultatele obţinute, s-a observat că, în general, rezilienţele nu variază semnificativ cu curentul de sudare, dacă energia liniară este constantă. Singura excepţie de la această regulă au constituit-o rezilienţele t ale oţelului FB50AK, care au prezentat un minim pentru curentul de 675 A. Drept urmare s-au calculat valorile medii ale rezilienţelor pe tip de epruvetă (KV şi KU) şi pe mod de prelevare al epruvetelor faţă de direcţia de laminare (l şi t), cu luare în considerare a valorilor individuale pentru toţi curenţii de sudare la oţe-

Tabela 7

Durităţile maxime calculate pentru cele trei oţeluri studiate

Oţelul	*HM*(*Pc*)	Cifra de clasificare	*HM*(*P*)	Cifra de clasificare	*HM*(CS10)	Cifra de clasificare	Clasificare medie
OL52	357	3	366	3	322	3	3
FB50AK	339	2	256	2	293	1	1,66
19Mn5	330	1	354	1	319	2	1,33

Tabela 8

Sinteza încercărilor de rezilienţă în ZIT la +20°C, al oţelul OL52

Tipul epruvetei	Orientarea epruvetei	Rezilienţa medie	Limitele a 95% din populaţie
		mkgf/cm²	
KV	*l*	22,1∓0,9	16,7...27,5
	t	6,2∓0,2	4,9...7,5
KU	*l*	24,3∓1,2	17,1...31,5
	t	7,9∓0,3	6,2...9,6

Tabela 9

Sinteza încercărilor de rezilienţă în ZIT la +20°C, la oţelul FB50AK

Tipul epruvetei	Orientarea epruvetei	I_s A	Rezilienţa medie	Limitele a 95% din populaţie
			mkgf/cm²	
KV	*l*	450...750	28,6±1,11	21,6...34,6
	t	450; 525 600; 750	8,3±0,16	7,4...9,2
		675	7,0±1,07	3,8...10,2
KU	*l*	450...750	29,3±0,96	23,7...34,9
	t	450; 525 500; 750	10,1±0,34	8,2...12,0
		675	8,6±0,63	6,0...11,2

lurile OL52 şi 19Mn5 şi pentru curenţii de sudare de 450 ; 600 ; 525 şi 750 A pe de o parte şi de 675 A pe de altă parte, la oţelul FB50AK. Mediile sînt însoţite de intervalele lor de confidenţă la o încredere $\gamma = 95\%$. S-au calculat de asemenea limitele între care se plasează 95 % din toate valorile de rezilienţă ale cusăturilor întregi. Rezultatele obţinute sînt arătate în tabelele 8—10. Se observă că la toate cele trei oţeluri rezilienţele sînt bune, deşi sudarea s-a făcut cu flux acid. Diferenţele relativ

mici între rezilienţele *KV* şi *KU* arată că cele trei oţeluri studiate sînt puţin sensibile la încrestări, la temperatura de +20°C. Pentru compararea celor trei oţeluri, în tabela 11 sînt prezentate valorile medii ale rezilienţelor *KV* şi *KU* pentru epruvetele *l* şi *t*. În cazul epruvetelor *t* ale oţelului FB50AK s-au dat valorile minime, corespunzătoare curentului de 675 A. De asemenea sînt date cifrele de clasificare a celor trei oţeluri din punctul de vedere al rezilienţelor în *ZIT* la +20°C.

Tabela 10

Sinteza încercărilor la reziliență în ZIT la +20°C, la oțelul 19Mn5

Tipul epruvetei	Orientarea epruvetei	Reziliența medie	Limitele a 95% din populație
		mkgf	
KV	*l*	24,7∓0,56	21,40...28,03
	t	8,2∓0,18	7,02...9,35
KU	*l*	27,3∓0,56	23,96...30,63
	t	10,0∓0,16	9,08...10,85

Tabela 11

Clasificarea celor trei oţeluri studiate din punctul de vedere al rezistenţei în ZIT la +20°C

Oţelul	*KV*				*KU*				c_{med}
	l	*c*	*t*	*c*	*l*	*c*	*t*	*c*	
OL52	22,1	3	6,2	3	24,3	3	7,9	3	3
FB50AK	28,6	1	7,0	2	29,3	1	8,6	2	1,5
19Mn5	24,7	2	8,2	1	27,3	2	10,0	1	1,5

C = cifra de clasificare

Tabela 12

Clasificarea celor trei oţeluri studiate din punctul de vedere al rezilienţei în ZIT – 20 °C şi –30°C.

Oţelul	KV								KU								C_{med}
	–20				–30				–20				–30				
	l	*c*	*t*	*c*	*l*	*c*	*t*	*c*	*l*	*c*	*t*	*c*	*l*	*c*	*t*	*c*	
OL52	26,8	2	5,4	1	25,2	1	3,3	2	31,8	1,5	9,5	1,5	30,3	2	7,4	1,5	1,56
FB50AK	27,7	1	4,6	2	25,0	2	3,4	1	31,8	1,5	9,5	1,5	31,5	1	7,4	1,5	1,44
19Mn5	4,3	3	2,9	3	4,4	3	3,1	3	20,6	3	5,1	3	18,4	3	4,9	3	3

c = cifra de clasificare

8.2. S-au depus automat cusături *L* şi *T* pe table de 20 mm grosime (OL52 şi FB5OAK) şi de 25 mm grosime (19Mn5), cu o energie lineară de 20 000 Joule/cm şi un curent de sudare de 600 A. Depunerile

s-au efectuat la CSIO Timişoara folosind sîrmă S10M1 şi flux bazic (ARCOS 2M). S-au prelevat epruvete KV şi KU cu crestătura în ZIT, care au fost încercate la $-20°C$ şi $-30°C$. În tabela 12 sînt prezentate rezultatele obţinute pentru cele trei oţeluri (valori medii, cu intervalele lor de confidenţă pentru încredere $\gamma = 95$ %) şi cifrele de clasificare a oţelurilor din punctul de vedere al rezilienţei în ZIT la -20 şi $-30°C$. Se observă că, în cazul oţelurilor OL52 şi FB50AK, rezilienţele KV

Fig. 4. — Epruveta folosită la încercarea de încovoiere statică.

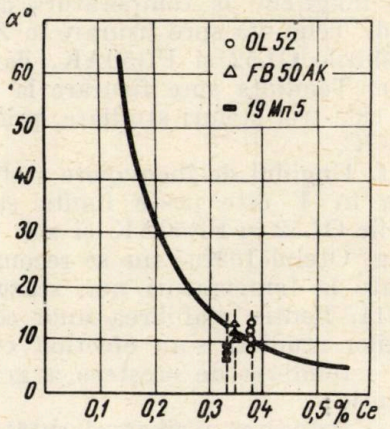


Fig. 5. — Unghiul minim de încovoiere statică, α, în funcţie de carbonul echivalent şi rezultatele obţinute cu oţelurile studiate.

şi KU pe epruvete longitudinale au valori mari şi relativ puţin diferite de rezultatele obţinute la $+20°C$, ceea ce atestă faptul că temperatura la $-30°C$ este departe încă de temperatura de fragilizare. În cazul oţelului 19Mn5 nu sînt diferenţe semnificative între rezilienţele la $-20°C$ şi cele la $-30°C$, dar se observă o scădere semnificativă atît a rezilienţelor KV cît şi a celor KU (mai accentuată la cele KV), la modificarea temperaturii de încercare de la $+20°C$ la $-20°C$. Această arată că temperatura de $-20°C$ este pentru oţelul 19Mn5, apropiată de cea de fragilizare, dacă se sudează fără preîncălzire.

9. Unghiul de încovoiere statică (α) s-a determinat pe epruvete avînd forma şi dimensiunile arătate în figura 4. Rezultatele obţinute s-au comparat cu cele obţinute de alţi cercetători [11]. În figura 5 este arătat α în funcţie de carbonul echivalent calculat cu relaţia (1), iar punctele figurate reprezintă rezultatele obţinute cu cele trei oţeluri studiate. Se observă că oţelul 19Mn5 se comportă cel mai slab dintre cele trei oţeluri studiate.

10. Pe baza rezultatelor prezentate s-au putut trage următoarele concluzii privind CMS a celor trei oţeluri studiate:

a. Toate cele trei oţeluri au o tendinţă redusă spre îmbătrînire, putîndu-se garanta:

$$\frac{KU\,(+20°C)}{KU_0\,(+20°C)} \geqslant 0{,}7,$$

dacă deformarea plastică la rece nu este mai mare sau egală cu 10%.

b. La oţelurile OL52 şi FB50AK, duritatea maximă sub cordon este sub 350 unităţi HV10 pentru o gamă largă de curenţi şi viteze de sudare, atît la *SA* cît şi la *SM*. La oţelul 19Mn5 duritatea maximă sub cordon depăşeşte 350 unităţi HV10 atît la *SA* cît şi la *SM*.

c. Rezilienţa în *ZIT* pe epruvete *l* este mare la oţelurile OL52 şi FB50AK, putîndu-se garanta, la −30°C, $KV \geqslant 8{,}0$ mkgf/cm² la OL52 şi $KV \geqslant 12{,}0$ mkgf/cm² la FB50AK. La oţelul 19Mn5, datorită scăderii semnificative a rezilienţei la −20°C, nu se poate garanta decît $KV \geqslant 3{,}5$ mkgf/cm² la temperatura de încercare la −15°C.

d. Tendinţa spre fisurare în *ZIT* la temperaturi scăzute este redusă la oţelurile OL52 şi FB50AK, dar apreciabilă la oţelul 19Mn5.

e. Tendinţa spre fisurare la cristalizare poate fi redusă la zero la toate cele trei oţeluri studiate, prin aplicarea unei preîncălziri de 180... ...230°C.

f. Unghiul de încovoiere statică pe epruvete longitudinale cu crestătura în *V* este peste limita stabilită cu oţeluri similare străine, la oţelurile OL52 şi FB50AK şi sub aceste limite la oţelul 19Mn5.

g. Oţelul 19Mn5 nu se recomandă a fi folosit în construcţii sudate utilizate la temperaturi mai scăzute decît −15°C.

11. Pentru stabilirea unor condiţii privind tehnologia de sudare a oţelurilor studiate s-au efectuat cercetări privind:

— tendinţa de creştere a grăunţilor cristalini la încălziri în cîmp austenitic;

— reducerea rezilienţei cusăturilor sudate în straturi puţine;

— influenţa regimului tehnologic de sudare asupra geometriei cusăturilor.

Concluziile care s-au tras privind tehnologia de sudare a oţelurilor studiate au fost următoarele:

a. La sudare se vor folosi numai electrozi cu învelişuri bazice şi fluxuri cu caracter bazic, prin aceasta asigurîndu-se oţelurilor şi o bună *CMS*.

b. La sudarea automată se va suda cu energii liniare relativ reduse, evitîndu-se depăşirea a 25 kJ/cm. În cadrul acestor energii liniare, sudarea se va face cu curenţi care să nu depăşească 600 A.

Tabela 13

Valorile de garantat pentru P_c, C şi C_e dacă cele trei oţeluri vor fi utilizate n construcţii sudate

Oţelul	P_c	C%	C_e%
OL52	<0,40	<0,20	<0,40
FB50AK	<0,40	<0,18	<0,38
19Mn5	<0,42	<0,20	<0,42

c. Indiferent dacă se sudează automat sau manual, cusătura trebuie să fie formată din mai multe straturi, fiecare strat realizîndu-se cu cît mai multe treceri. Sudarea cu treceri puţine şi straturi groase face ca

rezilienţa cusăturii să fie redusă şi de asemenea supraîncălzeşte zona de temperatură maximă din metalul de bază, scăzînd astfel plasticitatea.

d. La sudarea manuală se vor folosi curenţi spre limita minimă prescrisă de producătorul lor. În ceea ce priveşte electrozii indigeni, considerăm că electrodul Supercito-Buzău este corespunzător pentru sudarea manuală a celor trei oţeluri. Evident, alegerea materialului de sudare (sîrmă, flux, electrod) trebuie făcută astfel încît compoziţia chimică a cusăturii să se apropie de cea a metalului de bază.

e. Dacă cele trei oţeluri vor fi destinate construcţiilor sudate, vor trebui garantate parametrul de fisurare, conţinutul de C şi carbonul echivalent, $\left(C_e = C + \frac{Mn}{6} + \frac{V}{5}\right)$. În acest sens s-au propus valorile din tabela 13.

BIBLIOGRAFIE

1. C. E. Jackson, G. C, Luther, *A comparison of tests for weldability of twenty low-carbon steels.* Annual meeting A.W.S., Cleveland, oct., 1940.
2. G. C. Luther, F. H. Laxar, C. E. Jackson, *Weldability of manganese, silicon high tensile steels.* The Welding Journal Research supplement, *4* (1945).
3. C. E. Jackson, G. C.Luther, Z. E. Fritz, *Weldability tests of silicon — manganese steels.* The Welding Journal, *11* (1943).
4. * * * *Weldable QT (quenched and tempered) high strength steels and their applications in Japan.* Doc. IIS/IIW, **IX**, 673 (1970).
5. B. S. Kasatkin, V., F. Musiiancenko, *Nizkoleghirovannie visokoprocinoe stali dlia svarnih konstrukţii.* Avtomaticeskaia svarka, *7* (1967).
6. * * * *Aciers de construction soudables á grain fin et à haute résistance pour toles.* Aciers au Mn et aciers au Mn—V—N. Mannesmann—Feuille de matériaux, *350.* Janvier (1968).
7. * * * *Kesselbleche, Gütevorschriften für die verwendeten Stähle,* DIN 17155/1959.
8. T. Sălăgean, C. Boarnă, D. Deheleanu, R. Popescu, *Comportarea metalurgică la sudare a oţelului OL* 52. MICM — DGDRI, CSIO Timişoara, 1970 (Documentaţie pentru uz intern).
9. T. Sălăgean, C. Boarnă, D. Deheleanu, R. Tringl, R. Popescu, *Comportarea metalurgică la sudare a oţelului FB 50 AK.* MICM — DGDRI, CSIO — Timişoara, 1970 (Documentaţie pentru uz intern).
10. T. Sălăgean, C. Boarnă, D. Deheleanu, E. Tringrl, R. Popescu, *Comportarea metalurgică la sudare a oţelului 19 Mn 5.* MICM — DGDRI, CSIO — Timişoara, 1970 (Documentaţie pentru uz intern).
11. T. Sălăgean, *Comportarea la sudare a oţelurilor cu carbon şi slab aliate.* Studii şi cercetări de metalurgie, *2* (1970).
12. T. Sălăgean, H. Selmereanu, *Cercetări asupra fenomenului de îmbătrînire la oţeluri nealiate cu carbonul cuprins între 0,14 şi 0,21%.* Studii şi cercetări de metalurgie, *1* (1970).

H. GRANJON şi R. P. NEWMAN *La fatigue des assemblages soudés* (Oboseala îmbinărilor sudate) Ed. Institut Belge de la Soudure, 1970.

Broşura publicată în anul 1970, în limbile franceză şi engleză, de comisia XIV a Institutului Internaţional de Sudură, constituie un breviar privind comportarea la oboseală a îmbinărilor sudate. Urmărind relevarea aspectelor principale ale rezistenţei îmbinărilor sudate sub acţiunea solicitărilor ciclice se expun, într-o formă condensată, cunoştinţele actuale necesare unei informări pertinente pentru uzul proiectanţilor şi a constructorilor.

Lucrarea structurată ca un ghid explorează morfologia şi fenomenologia degradării sudurilor în procesul cumulativ al solicitărilor ciclice repetate. În primele două capitole se enunţă caracterele ruperii cumulative progresive şi se identifică factorii principali care influenţează rezistenţa metalului şi a îmbinării sudate. Prin numeroase exemple se ilustrează conceptele enunţate lapidar în text. Exemplele de rupere prin oboseală (capitolul 3) sînt culese din vasta anchetă întreprinsă de I.I.S. şi sînt grupate funcţie de cauzele avariei: concepţie necorespunzătoare, solicitări suplimentare neprevăzute şi sudare defectuoasă. Odată expuse manifestările degradării cumulative se trece (capitolul 4) la descrierea metodologiei încercărilor cu solicitări oscilante, în regim staţionar — cu ciclu constant — şi la încărcări programate în trepte; se redau atît condiţiile generale cît şi detaliile specifice examinării îmbinărilor sudate. În ultimele două capitole se tratează metodele de ameliorare a rezistenţei la oboseală prin compresiune şi încălzire localizate, suprasolicitări prealabile şi relaxare termică.

Redactată succint dar edificator, lucrarea reuşeşte în cursul unei lecturi de scurtă durată să suscite atenţia asupra problemei complexe a comportării la oboseală a îmbinărilor relevînd implicaţiile benefice şi malefice ale concepţiei şi execuţiei structurilor sudate. Odată avertizate cercurile largi de cadre tehnice: proiectanţi, constructori şi cercetători, realizarea structurilor rezistente la oboseală se impune ca un imperativ categoric în activitatea curentă, industrială, obiectivul urmărit de altfel de comisia XIV — I.I.S. la publicarea acestui ghid de cunoştinţe.

Mircea Raţiu

Corneliu Pandelescu

CERCETĂRI PRIVIND DETERMINAREA POSIBILITĂȚILOR DE FLOCULARE SELECTIVĂ A MINEREURILOR FOARTE FINE

Cercetările au fost executate cu cuarț, calcită și galenă aflate sub formă de amestecuri bi- și tri-minerale. Mai întîi au fost executate experimentări asupra mineralelor individuale, prin care, pe baza determinărilor de potențial zeta făcute și a încercărilor cu floculanți polimeri de diferite tipuri, în diferite condiții (concentrații, pH) au fost determinate posibilitățile de floculare cu polimeri sintetici ale mineralelor respective. În continuare, pe baza rezultatelor obținute cu mineralele cercetate individual, au fost executate experimentări cu aceleași minerale aflate în amestec, care au permis în final stabilirea posibilităților de floculare selectivă cu polimeri sintetici a fiecăruia din mineralele cercetate.

Experimentările executate au permis ca pe lîngă principiile ce stau la baza realizării floculării selective, să fie puși în evidență o serie de factori de natură chimică (coagularea reciprocă) și fizică (mărimea flocoanelor, densitatea suspensiei, raportul dintre componenții minerali prezenți, aplicarea mai multor stadii) determinanți pentru desfășurarea acestui proces.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 123—144, 1971

Petre Tudoran, Ștefan Mantea

CERCETĂRI PRIVIND INFLUENȚA ALIERII CU AZOT ȘI ALUMINIU ASUPRA PROPRIETĂȚILOR MECANICE ALE OȚELULUI 35M16

Din cercetările efectuate rezultă că alierea numai cu azot a oțelului aflat în stare călită și revenită determină ridicarea caracteristicilor de rezistență și coborîrea celor de plasticitate și tenacitate, reziliența ajungînd sub valorile minime prevăzute de STAS pentru această marcă. Alierea cu azot și aluminiu determină în schimb ridicarea considerabilă a proprietăților de rezistență și menținerea la valori ridicate, peste valorile minime prevăzute de STAS, a caracteristicilor de plasticitate și tenacitate. Se trage concluzia că alierea cu azot și aluminiu creează posibilitatea obținerii la oțelul 35M16 a unor caracteristici mecanice mult superioare celor ale mărcii de bază, existînd astfel perspectiva înlocuirii cu oțel 35M16 aliat cu azot și aluminiu a unor mărci superioare, aliate cu elemente mai scumpe și deficitare.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 145—154, 1971

T. Dulămiță, L. Cincă, E. Florian

ALGORITM PENTRU DETERMINAREA GRADIENTULUI DE STRUCTURI ÎN SECȚIUNEA PRODUSELOR METALICE TRATATE TERMIC

Pornind de la datele curbei durităților probei călite frontal determinată parametric prin metode ale analizei regresive multiple și verificată experimental cu circa 150 șarje reprezentînd 12 mărci de oțel carbon și aliat de îmbunătățire, autorii au alcătuit un algoritm cu ajutorul căruia să se ajungă la determinarea gradientului de structuri și de duritați în secțiunea unui produs metalic de anumite forme și dimensiuni, austentizat și călit în anumite condiții. Metoda are avantajul că poate evita în anumite condiții utilizarea curbelor termocinetice, limitată de dificultățile de trasare a lor, și de sensibilitatea poziției curbelor față de influența factorilor creditori.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 155—167, 1971

Nicolae Geru, Mihai Ursache, Dan Chircă

CERCETĂRI ROENTGENOSTRUCTURALE ASUPRA TRANSFORMĂRILOR CARE SE PRODUC LA CĂLIREA ȘI REVENIREA OȚELURILOR DE CONSTRUCȚII Cr-Ni-Mo

Sînt prezentate rezultatele cercetărilor obținute la studiul oțelului de construcție 34MoCN15 călit și revenit în diferite condiții, comparativ cu oțelul carbon ce prezintă un conținut în carbon apropiat.

Mărimea tensiunilor de ordinul doi a blocurilor în mozaic și a densității în dislocații determinate roentgenostructural, corelate cu mărimea durității permisă să tragă concluzii asupra temperaturii optime austenitizare, asupra stabilității martensitei la revenire, deci, asupra influenței elementelor substructurale în durificarea și înmuierea acestui oțel în procesul de călire și revenire.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 169—177, 1971

Hilda Hubert

INFLUENȚA DEFORMĂRII PLASTICE LA RECE A MARTENSITEI DINTR-UN OȚEL CU 12% CvASUPRA MECANISMULUI TRANSFORMĂRILOR LA REVENIRE

Prin metoda microscopiei electronice și a analizei roentgenografice, lucrarea își propune să studieze particularitățile procesului de descompunere a martensitei deformate la rece (cu 5—24% reducere), în cursul încălzirilor ulterioare la revenire în diferite condiții de temperatură (100—670°C) și menținere (între 3—100h), comparativ cu o stare convențională (nedeformată în stare martensitică), în cazul unui oțel inoxidabil aliat cu 12% Cr și 0,1% C (marca 12 C130).

Pe baza corelării observațiilor microstructurale directe pe replici de extracție privind natura, cantitatea, forma, mărimea și distribuția fazelor de precipitare din diferite etape de revenire, cu determinările elementelor de substructură ce caracterizează comportarea matricei feritice la revenire, se fac presupuneri legate de mecanismele de interacțiune precipitat-dislocație ce acționează cu precădere în diferite perioade, explicînd științific durificarea importantă realizată prin aplicarea deformării martensitei și creșterea stabilității la revenire a oțelului cu 12% Cr și 0,1% C pînă la 600°C.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 179—192, 1971

Eugen Cazimirovici

CERCETĂRI CU PRIVIRE LA DETERMINAREA CONDIȚIILOR DE FRECARE LA LAMINAREA LA RECE CU VITEZE RIDICATE

În lucrare se analizează principalele metode folosite pentru determinarea coeficienților de frecare la laminare, iar pe baza acestei analize se precizează metodele ce se pot folosi în cazul laminării cu viteze ridicate. Metodele propuse pentru laminarea cu viteze ridicate sînt analizate pe baza laminărilor experimentale în intervalul de viteză 5—50 m/s cu reduceri pînă la 50% și folosindu-se două unsori tehnologice frecvent utilizate la laminarea la rece a oțelurilor carbon.

În concluzie se constată că pentru laminarea la rece cu viteze ridicate, coeficienții de frecare se pot determina cu rezultate bune pe baza măsurătorilor forțelor de laminare, prezentîndu-se în acest scop nomograme originale pentru determinarea coeficientului de frecare la laminarea la rece.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 193—200, 1971

V. Safta, L. Varga

INFLUENȚA DEFECTELOR DE SUDARE ASUPRA SUSCEPTIBILITĂȚII LA FISURARE A ÎMBINĂRILOR CAP LA CAP

Se analizează influența exercitată de defectele de sudare, în special de tipul nepătrunderilor, asupra rezistenței la rupere a unor epruvete plate cu fisuri mărginale practicate în secțiunile unor îmbinări sudate cap la cap la table de 5, 10, 20, și 30 mm grosime.

Rezultatele experimentale au evidențiat o accentuată dependență a rezistenței la rupere de gradul de severitate a defectului, exprimabilă printr-o treaptă de regresie avînd coeficientul de pantă independentă de mărimea defectului.

St. cerc. metalurg. , Tom 16, Nr. 2, p. 201—208. 1971

L. Boleanțu, N. Neguț, E. Jung

EFECTUL LUBRIFICĂRII ASUPRA DURABILITĂȚII UNOR CABLURI DE TRACȚIUNE

Lucrarea cuprinde un studiu comparativ privind efectul diferitelor moduri de ungere a cablurilor asupra durabilității acestora. S-au încercat și analizat două tipuri de cablu, pregătite fiecare în patru moduri: neuns, cu inima unsă normal, cu inima unsă normal și ungere exterioară și cu inima și lițele unse cu Elaskon II.

Contribuția lucrării constă în evidențierea efectului favorabil al lubrifiantului și în selecționarea unui lubrifiant optim pentru mărirea durabilității cablurilor.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 209—216, 1971

Traian Sălăgean, Mircea Raţiu, Clara Boarnă

ANALIZA CALITĂŢII EXECUŢIEI SUDURILOR DE MONTAJ LA TABLIERUL METALIC AL PODULUI PESTE DUNĂRE DE LA GIURGENI - VADUL OII

Sînt prezentate sintetizat, rezultatele controlului calităţii electrozilor folosiţi la sudarea tablierului metalic al podului precum şi rezultatele principalelor încercări ale sudurilor de montaj. Toate rezultatele au fost analizate statistic şi s-a făcut o clasificare a calităţii sudurilor de montaj pe poziţii de sudare şi transoane ale tablierului.

Concluzia generală a lucrării este că sudurile tablierului metalic al podului peste Dunăre de la Giurgeni — Vadul Oii au calitatea corespunzătoare scopului propus.

St. cerc. metalurg. , Tom 16, Nr. 2, p. 217—225, 1971

Traian Sălăgean, Clara Boarnă, Dorin Deheleanu, Emeric Tringl, Romeo Popescu

CERCETĂRI PRIVIND COMPORTAREA METALURGICĂ LA SUDARE A UNOR OŢELURI SLAB ALIATE FABRICATE ÎN REPUBLICA SOCIALISTĂ ROMÂNIA

Lucrarea cuprinde rezultatele cercetărilor efectuate privind aprecierea comportării metalurgice la sudare a trei oţeluri slab aliate elaborate la Centrala Siderurgică Galaţi şi anume: OL52, FB50AK, 19Mn5. Este prezentată metodica de cercetare adoptată pentru determinarea dependenţei dintre parametrii de sudare şi însuşirile mecanice şi metalurgice ale zonei influenţate termic. Planul de cercetare experimental a cuprins determinarea următoarelor caracteristici, pentru fiecare oţel şi regim de sudare studiat: tendinţa spre îmbătrînire, tendinţa spre fisurare, tendinţa de creştere a grăuntelui cristalin, duritatea maximă sub cordon, unghiul de încovoiere statică, rezilienţa (pe epruvete Charpy şi Mesnager, la diferitele temperaturi de încercare). Lucrarea cuprinde recomandările care s-au făcut pentru fiecare oţel, în vederea îmbunătăţirii comportării lui metalurgice la sudare şi se dau cifrele de garantare a sudabilităţii lor.

La încheiere se face o comparare, din punct de vedere al comportării metalurgice la sudare, a celor trei oţeluri studiate.

St. cerc. metalurg., Tom 16, Nr. 2, p. 227—241, 1971

Revista *„Studii și cercetări de metalurgie"* publică rezultate originale ale cercetărilor din domeniul larg al metalurgiei, sub formă de articole, comunicări sau note. Revista mai cuprinde și rubricile: referate, discuții, recenzii, informații și altele. Temele abordate constituie cele mai recente realizări științifice și tehnice.

RECOMANDĂRI PENTRU AUTORI

1. Structura lucrării:

a) Introducerea va situa lucrarea pe fondul cunoștințelor actuale, va desemna obiectivele și va indica metodele utilizate;

b) Tratarea (despărțită pe subcapitole, numerotată după clasificarea zecimală), va preciza premisele, ipotezele, simplificările adoptate și va discuta rezultatele, erorile, posibilitățile și comoditatea aplicării deducerilor matematice;

c) Concluziile vor sintetiza rezultatele obținute, limita lor de valabilitate și aplicațiile posibile;

d) Bibliografia după standardele în vigoare;

2. Forma lucrării:

a) Lucrările se predau în două exemplare dactilografiate la două rînduri (2 000 semne pe pagină), inclusiv exemplarul original fără corecturi, intervenții, pe hîrtie velină;

b) Figurile pe calc, un exemplar;

c) La începutul lucrării se trece clasificarea zecimală internațională;

d) Volumul lucrării circa 15 pagini.

Se primesc numai lucrări originale.

★

Manuscrisele se trimit Comitetului de redacție, București, Calea Victoriei nr. 125 (Secția de științe tehnice).

1972 1LB 2 -1

LUCRĂRI APĂRUTE ÎN EDITURA ACADEMIEI REPUBLICII SOCIALISTE ROMÂNIA

GH. VASILIEV, **Torsiunea structurilor elastice cu pereți subțiri,** 1970, 240 p., 11,50 lei.

I. S. CHEORGHIU, AL. FRANSUA, **Tratat de mașini electrice,** vol. II. **Transformatoare electrice,** 1970, 464 p., 30 lei.

AL. MARINESCU, **Metode, aparate și instalații de măsură în aeromecanică,** 1970, 356 p., 25,50 lei.

AL. VAICUM, **Fundații încastrate,** 1970, 303 p., 21,50 lei.

LUIGI DOBRESCU, **Fenomene de suprafață la metale și aliaje,** 1970, 444 p., 29 lei.

M. GR. NĂSTASE, **Bazele defectoscopiei radiologice,** 1970, 260 p., 14 lei.

C. HAIDUC, **Optimizarea parametrilor centralelor nucleare-electrice,** 1970, 323 p., 17,50 lei.

C. PUPĂZAN, **Acustica în construcții,** 1970, 262 p., 13 lei.

EUG. DIMITRIU-VÂLCEA, **Termotehnica în construcții,** 1970, 284 p., 15 lei.

I. S. GHEORGHIU, AL. FRANSUA, **Tratat de mașini electrice,** vol. III. **Mașini asincrone,** 1971, 534 p., 33 lei.

C. I. PENESCU, **Sisteme de protecție de distanță,** 1971, 624 p., 41 lei.

EDMOND NICOLAU, **Sinteza sistemelor radiante,** 1971, 228 p., 22 lei.

ENE MARIN, **Metoda mărimilor determinante,** 1971, 228 p., 13 lei.

REVISTE PUBLICATE ÎN EDITURA ACADEMIEI REPUBLICII SOCIALISTE ROMÂNIA

STUDII ȘI CERCETĂRI DE MECANICĂ APLICATĂ
STUDII ȘI CERCETĂRI DE ENERGETICĂ ȘI ELECTROTEHNICĂ
STUDII ȘI CERCETĂRI DE METALURGIE
REVUE ROUMAINE DES SCIENCES TECHNIQUES
— SÉRIE DE MÉCANIQUE APPLIQUÉE
— SÉRIE D'ÉLECTROTECHNIQUE ET D'ÉNERGÉTIQUE
— SÉRIE DE MÉTALLURGIE

ST. CERC. METALURG. TOM. 16, Nr. 2, 1971

P. I. I. c. 2492

43 834

Lei 35